

LUCÍ REGINA PANKA ARHEGAS

**SORÇÃO E SOLUBILIDADE DE RESINAS
COMPOSTAS POLIMERIZADAS COM
LUZ HALÓGENA E LED**

CURITIBA
2005

Lucí Regina Panka Archegas

**SORÇÃO E SOLUBILIDADE DE RESINAS
COMPOSTAS POLIMERIZADAS COM
LUZ HALÓGENA E LED**

**Dissertação apresentada ao Programa de
Pós-graduação em Odontologia da
Pontifícia Universidade Católica do Paraná,
como parte dos requisitos para obtenção do
título de Mestre em Odontologia, Área de
Concentração em Dentística.**

Orientadora: Prof^a. Dra. Evelise Machado de Souza

**CURITIBA
2005**

Archeegas, Lucí Regina Panka
A669s Sorção e solubilidade de resinas compostas polimerizadas com luz halógena
2005 e led / Lucí Regina Panka Archeegas ; orientadora, Evelise Machado de Souza.
– 2005.
82 f. : il. ; 30 cm

Dissertação (mestrado) – Pontifícia Universidade Católica do Paraná,
Curitiba, 2005
Inclui bibliografia

1. Resinas dentárias – Testes. 2. Materiais dentários. 3. Polimerização.
I. Souza, Evelise Machado de. II. Pontifícia Universidade Católica do Paraná.
Programa de Pós-Graduação em Odontologia. III. Título.

CDD 20. ed. – 617.695

A Deus,

Pela minha vida, pelo amparo e iluminação para vencer mais esta etapa.

Ao meu marido Eduardo,

Por todo amor, companheirismo e apoio durante a realização deste curso. Meu profundo agradecimento pela compreensão durante meus momentos de afastamento. Seu interesse e participação na minha pesquisa foram fundamentais em todos os momentos.

Aos meus filhos Beatriz e Bernardo

Pela fonte de alegria, amor e carinho. Pelo incentivo que souberam transmitir. Espero que os momentos da minha ausência em suas vidas, possam mais tarde ser interpretados como exemplo de busca pelo conhecimento e crescimento profissional.

Aos meus pais José (in memoriam) e Joanna

Pelo amor, esforço e dedicação que sempre dispensaram para com todos seus filhos.

A meu pai, que apesar de não estar aqui para compartilhar comigo mais esta etapa, me mostrou o caminho que deve ser trilhado na vida.

À minha mãe, pela inesgotável ajuda em todos os momentos da minha vida

DEDICO.

AGRADECIMENTO ESPECIAL

À professora Evelise Machado de Souza, meu profundo respeito e admiração pela competência e dedicação à função de educadora e pesquisadora. Este trabalho fica marcado pela exímia orientação, na qual o conhecimento sempre trouxe a segurança necessária e o respeito propiciou expor minhas idéias. Jamais esquecerei a dedicação e a amizade a mim dedicadas. Por todo o período de convivência e aprendizado.

Muito obrigada.

AGRADECIMENTOS

Ao Coordenador do Laboratório de Engenharia e Transplante Celular, Professor Waldemiro Gremski, pela viabilização do laboratório para execução da parte experimental desta pesquisa.

À gerente administrativa do Laboratório de Engenharia e Transplante Celular, Elda M. Castelhana e toda sua equipe, pelo acolhimento e confiança em mim depositados.

Ao Diretor do Programa de Pós-Graduação em Odontologia, Professor Sérgio Vieira, pela determinação e empenho neste programa, além dos conhecimentos transmitidos.

À professora Janaína B. de Almeida, pelo carinho, disciplina e incontestável conhecimento demonstrados durante todo o curso.

Ao professor Danilo B. Menezes Caldas, por suas valorosas contribuições nesta pesquisa. O elo entre os conhecimentos teóricos e a aplicação prática profissional, aliado a um espírito questionador, o tornam um profissional de destaque.

Ao professor Rodrigo Rached, pela incansável atenção dispensada na minha formação profissional e contribuições relevantes para o aprimoramento deste trabalho.

Ao professor Rui Mazur, pela disponibilidade em ensinar, incentivo nos trabalhos e amizade.

Ao professor Edvaldo A. Ribeiro Rosa, pela relevante avaliação deste trabalho, quando do exame de qualificação.

Ao professor Sérgio Aparecido Ignácio, pela competência na análise estatística e interpretação dos resultados desta pesquisa.

À Universidade Federal do Paraná e a todos os meus colegas, por permitirem a realização do meu curso de Mestrado.

Aos colegas de turma, Fernando Osternack, Juliana M. Martin, Vladja Torno Carolina F. Rocha e Desirée M. Machado, pelo convívio, amizade e conhecimentos adquiridos em grupo. Agradecimento especial aos colegas Desirée M. Machado e Marcos Kenzo Takahashi, pelo auxílio na fase laboratorial desta pesquisa.

À secretária Neide Borges dos Reis, pelo carinho e atenção com que sempre me atendeu.

À funcionária da Clínica de Dentística, Silvana Casagrande Gabardo, pela atenção dispensada e pelo zelo na execução de seu trabalho.

A todas as pessoas que de alguma forma colaboraram com a minha formação profissional.

AGRADEÇO TAMBÉM

À minha sogra Ligia Maria T. Archegas e ao meu sogro Dilmar Abílio Archegas, pelos exemplos de perseverança e dignidade. O incansável apoio para com meus filhos, principalmente durante a realização deste curso, sempre serão lembrados.

As minhas irmãs, Elza e Neli, pelo carinho, pela preocupação e incentivos sempre ofertados. Ao meu irmão, Tadeu Panka, pela atenção comigo sempre dispensada, pelo exemplo de sobriedade e integridade. Agradeço a vocês toda a ajuda na minha formação profissional.

Aos demais familiares, presentes em todos os momentos, pela compreensão, incentivo e por acreditarem no meu potencial.

As minhas funcionárias Ivonete F. Pereira e Rosimar Lopes da Cunha, pela dedicação à minha casa e principalmente à minha família. Jamais esquecerei que a conclusão deste curso foi com a ajuda de vocês.

Aos meus amigos, que sempre compartilharam comigo minhas angústias e conquistas.

A todos vocês, muito obrigada.

Sumário

1. Página Título.....	1
2. Resumo	2
3. Introdução.....	3
4. Materiais e Método.....	5
5. Resultados.....	8
6. Discussão	9
7. Conclusões	14
8. Referências	15
9. Tabelas.....	20
10. Anexos	23
10.1 Revisão da Literatura	23
10.2 Material e Método	38
10.3 Análises Estatísticas	43
11. Normas da Revista	52
12. Artigo em Inglês	57

1. Página Título

Sorção e solubilidade de resinas compostas polimerizadas com luz halógena e LED

Lucí Regina Panka Archegas

Cirurgiã-Dentista graduada pela UFPR

Aluna do Programa de Pós Graduação em Odontologia da PUCPR

Área de Concentração Dentística

Rua Barão de Guaraúna, 503

Juvevê – Curitiba – Paraná – Brasil

CEP 80-030-310

Telefone residencial: (41) 3024- 7415

Telefone comercial: (41) 3353- 2112

Fax: (41) 3271-1637

Email: luciarchegas@uol.com.br

Evelise Machado de Souza

Doutora em Odontologia pela FOB-USP

Professora Adjunta da Pontifícia Universidade Católica do Paraná

2. Resumo

Objetivo: Apesar de serem considerados estruturas insolúveis, os polímeros absorvem água e liberam componentes quando em ambiente aquoso. O objetivo deste estudo foi avaliar a sorção e a solubilidade de três resinas compostas híbridas polimerizadas com luz halógena e luz emitida por diodo (LED).

Método: De acordo com a ISO 4049, trinta e dois discos de três resinas compostas comerciais (Herculite XRV, Tetric Ceram e Filtek Z250) foram polimerizados com aparelhos de luz halógena (Optilux 501™) e de LED (LEDemetron 1™) e divididos em grupos para cada tempo de armazenamento. Os espécimes foram armazenados em um dessecador a 37°C e pesados até uma massa constante (m_1). Os discos foram imersos em água deionizada por 24 horas, 7 e 28 dias e pesados novamente (m_2). O acondicionamento dos espécimes foi realizado até a obtenção de uma massa constante (m_3). A sorção e a solubilidade foram calculadas e submetidas à ANOVA e teste de Tukey ($p < 0,01$).

Resultados: Não foram encontradas diferenças significantes entre as fontes de luz utilizadas. A sorção de água foi crescente com o tempo para todas as resinas. A menor sorção foi obtida pela Herculite XRV, seguida da Tetric Ceram e Filtek Z250 com diferenças estatísticas entre todas. Os diferentes períodos de armazenamento não influenciaram a solubilidade dos compósitos Herculite XRV e Tetric Ceram, enquanto a Filtek Z250 mostrou redução com maior período de armazenamento.

Significância: A polimerização com luz halógena e LED, com mesma intensidade e tempo de exposição, não afetou a sorção e a solubilidade das resinas testadas.

Palavras-chave: resina composta, sorção de água, solubilidade, polimerização, luz halógena, LED.

3. Introdução

A interação das resinas compostas com o meio oral úmido provoca redução de suas propriedades mecânicas [1-4]. Quando a resina é imersa em água, dois diferentes mecanismos ocorrem: o primeiro é a sorção de água produzindo um aumento de massa, e o segundo é a lixiviação de componentes, como partículas ou monômeros residuais, levando a uma redução de massa [5,6]. A sorção de água nos compósitos é um processo de difusão controlada que ocorre principalmente na matriz resinosa [7-9]. Este fenômeno pode causar também perda da união entre carga e matriz ou até mesmo degradação hidrolítica das partículas [10]. Os fenômenos de sorção e solubilidade podem ser precursores de uma variedade de processos químicos e físicos que acarretam em efeitos deletérios na estrutura do material polimérico, podendo comprometer seu desempenho clínico [11].

Alguns autores enfatizam que a sorção de água em um compósito pode ter conseqüências clínicas benéficas, uma vez que a expansão gerada poderia melhorar o selamento marginal da restauração [12-14] e também contribuir para o relaxamento da tensão gerada durante a contração de polimerização [15,16]. Porém, a expansão higroscópica e a tensão de contração não ocorrem uniformemente nas restaurações em resina composta, uma vez que a contração ocorre rapidamente e o relaxamento ocorre de forma lenta, podendo durar dias [17].

A incompleta polimerização e baixa conversão dos monômeros podem resultar em maior solubilidade da resina composta [5,18]. Estudos têm demonstrado que monômeros residuais são os principais componentes liberados dos compósitos dentais, ocorrendo principalmente nos primeiros dias [18,19]. O monômero trietileno glicol dimetacrilato (TEGDMA) tem sido identificado como a principal substância liberada das resinas compostas, porém, pequenas quantidades de outros monômeros, tais como

bisfenol A glicidil metacrilato (Bis-GMA) e uretano dimetacrilato (UDMA) podem também ser liberados na água [19]. A lixiviação desses componentes pode influenciar a alteração dimensional inicial [8,11], o desempenho clínico [5,11], o aspecto estético das restaurações [20] e a biocompatibilidade do material [18,21].

A sorção de água e a solubilidade das resinas compostas podem ser afetadas por diversos fatores, tais como: variações na composição da matriz resinosa, no tamanho e na distribuição das partículas de carga, assim como o tipo de polimerização empregada [22]. Porém, nenhum estudo ainda relatou o efeito da polimerização utilizando luz emitida por diodo (LED) sobre a sorção e solubilidade das resinas compostas.

Desta forma, o objetivo deste estudo foi avaliar a sorção e a solubilidade de resinas compostas híbridas polimerizadas com luz halógena e LED, após vários períodos de armazenamento em água. A hipótese a ser testada neste estudo é a de que resinas compostas polimerizadas tanto com luz halógena quanto com LED, utilizando a mesma potência e tempo de exposição, apresentem o mesmo grau de sorção e solubilidade em água, em períodos variados de tempo.

4. Materiais e Método

A metodologia deste estudo foi realizada de acordo com a especificação 4049 da ISO (Internacional Standards Organization, 2000) [23]. Uma matriz de aço inoxidável foi utilizada para confeccionar os espécimes em forma de disco com $15 \pm 0,1$ mm de diâmetro e $1 \pm 0,1$ mm de espessura. Os materiais testados, bem como a composição da matriz, tipo, tamanho médio e conteúdo de partículas de carga, estão listados na Tabela 1. Um total de 192 espécimes foi confeccionado, com 96 para cada tipo de fonte de luz, e, destes, 30 espécimes para cada resina composta na cor A3, que foram subdivididos em grupos de 10 espécimes para cada tempo de armazenamento. Dois espécimes de cada grupo foram mantidos em dessecador sob vácuo, como controle.

Cada resina composta foi inserida no interior da matriz metálica, em um único incremento. O material permaneceu em contato com lâminas de acetato em ambos os lados do espécime. Uma lâmina de vidro foi posicionada sobre a lâmina de acetato e pressionada durante dois minutos para extravasamento de excesso de material.

Metade dos espécimes de cada compósito foi polimerizada utilizando o aparelho fotopolimerizador de luz halógena Optilux VLC 501™ (Demetron Research Corp, Danbury, CT, USA), e a outra metade, com o aparelho fotopolimerizador LEDemetron1™ (Demetron Research Corp, Danbury, CT, USA). Ambos apresentaram potência próxima a $600\text{mW}/\text{cm}^2$. A intensidade da luz foi monitorada pelos radiômetros contidos nos respectivos equipamentos, realizando aferições a cada 5 espécimes. A ponta dos aparelhos fotopolimerizadores, ambas com 11 mm de diâmetro, foi mantida sobre a lâmina de vidro, para assegurar uma mesma distância em relação à superfície da resina composta. Os espécimes foram polimerizados por 20 segundos no centro e em quatro pontos equidistantes na periferia, totalizando 100 segundos no topo e 100 segundos na base de cada disco.

Os demais procedimentos foram realizados em uma sala com umidade ($50\% \pm 10\%$ de umidade relativa) e temperatura controladas ($23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$). Os espécimes foram então transferidos e mantidos em um dessecador sob vácuo contendo sílica gel a 37°C por 22 horas, e depois transferidos para outro dessecador a $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ por 2 horas. A pesagem foi realizada em uma balança analítica (Bel Mark U210A, Bel Engineering, Monza, MI, Itália) com uma precisão de 0,0001 g. Este ciclo foi repetido até a obtenção de uma massa constante, denominada m_1 . Em um estudo piloto, observou-se que foi necessário um período de 60 dias para conseguir estabilização da massa dos espécimes.

Antes da imersão em água, o volume dos discos foi determinado medindo-se o diâmetro em dois pontos opostos com um paquímetro digital com precisão de 0,01mm (CD6 CS, Mitutoyo, Kanagawa, Japão) e a altura com um micrômetro com precisão de 0,01mm (103-125, Mitutoyo, Kanagawa, Japão) em um ponto central e quatro pontos equidistantes do espécime.

Os espécimes de cada grupo foram colocados individualmente em tubos de ensaio protegidos com folha de alumínio contendo 12 mL de água deionizada. Os discos foram mantidos em uma posição vertical usando pérolas de vidro como suporte e colocados em estufa a 37°C por 24 horas, 7 dias e 28 dias. Para os grupos analisados em 28 dias, a água foi trocada semanalmente. Após cada período de armazenamento, os discos foram retirados da água, secos com papel absorvente e jato de ar livre de impurezas durante 15 segundos. Uma nova pesagem foi realizada para obtenção de m_2 .

Os espécimes foram levados novamente ao dessecador sob vácuo, na presença de sílica gel, a 37°C por 22 horas e transferidos para outro dessecador a $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ por 2 horas para acondicionamento das amostras, até obtenção de uma massa constante, denominada m_3 .

As propriedades de sorção de água (W_{sp}) e solubilidade em água (W_{sl}) foram calculadas de acordo com a fórmula proposta pela ISO 4049 [23].

Cálculo dos valores de sorção de água em $\mu\text{g}/\text{mm}^3$:

$$W_{sp} = \frac{m_2 - m_3}{V}$$

Cálculo dos valores de solubilidade em $\pm \mu\text{g}/\text{mm}^3$:

$$W_{sl} = \frac{m_1 - m_3}{V}$$

- m_1 = massa do espécime antes da imersão em água;
- m_2 = massa do espécime após a imersão em água;
- m_3 = massa do espécime após imersão e dessecação;
- V = volume do espécime em mm^3 .

De posse dos dados obtidos, foram analisados os pressupostos de normalidade por meio do teste de Kolmogorov-Smirnov e de homogeneidade de variâncias pelo teste de Levene. Desta forma, foi possível utilizar ANOVA a três critérios de classificação, modelo fatorial completo, e o teste de Tukey HSD para detectar diferenças entre os valores médios de sorção e solubilidade ($p < 0,01$).

5. Resultados

Comparando os valores médios de sorção e solubilidade, a ANOVA revelou diferenças estatisticamente significantes ($p < 0,01$) entre os fatores: resina composta e período de armazenamento. Para a variável sorção, foram identificadas interações entre resina composta x fonte de luz e resina composta x período de armazenamento. Para a variável solubilidade, foi detectada interação entre resina composta x período de armazenamento. A Tabela 2 mostra que não houve diferenças estatisticamente significantes entre as diferentes fontes de luz, tanto para sorção quanto para solubilidade. Desta forma, as médias de sorção e solubilidade estão apresentadas na Tabela 3, considerando resina composta e período de armazenamento como fontes de variação para este estudo.

O compósito Herculite XRV demonstrou os menores valores de sorção de água, seguido dos compósitos Tetric Ceram e Filtek Z250, com diferenças estatisticamente significantes entre todos ($p < 0,01$). Todos os materiais testados exibiram um aumento estatisticamente significativo na sorção de água como resultado do aumento do tempo de armazenamento. O compósito Filtek Z250 apresentou maiores valores de sorção em 28 dias de armazenamento ($p < 0,01$).

Não foram encontradas diferenças significantes na solubilidade das resinas Herculite XRV e Tetric Ceram, considerando os diferentes períodos de armazenamento. Porém, o compósito Filtek Z250 apresentou uma redução significativa na solubilidade com o aumento do período de armazenamento. A solubilidade da resina composta Herculite XRV foi significativamente menor que a da Filtek Z250, no período de 24 horas. No período de 28 dias, o compósito Filtek Z250 apresentou solubilidade estatisticamente menor que a resina Tetric Ceram ($p < 0,01$).

6. Discussão

De acordo com a norma 4049 da ISO [23], para que as resinas compostas sejam indicadas como materiais restauradores, devem apresentar sorção de água menor que 40 $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ e solubilidade menor que 7,5 $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ para um período de armazenamento de 7 dias. Os valores tanto de sorção como de solubilidade obtidos neste estudo são bem menores, mesmo para um período de armazenamento de 28 dias. Os valores de sorção aumentaram significativamente em 28 dias, o que sugere que o período de 7 dias não é suficiente para avaliar os verdadeiros valores de absorção de água para materiais resinosos [14,19,24,25].

Os diferentes resultados encontrados para as propriedades de sorção de água e solubilidade provavelmente estão relacionados à composição dos compósitos testados. As resinas compostas utilizadas neste estudo apresentam grande similaridade com relação à porcentagem de carga em volume (aproximadamente 60%), porém, diferenças são encontradas entre os tipos de partículas e monômeros das matrizes orgânicas. Entre as resinas fotopolimerizáveis disponíveis no mercado, muitas são combinações de bisfenol A glicidil dimetacrilato (Bis-GMA), uretano dimetacrilato (UDMA), trietilenoglicol dimetacrilato (TEGDMA) e, mais recentemente, o bisfenol A polietilenoglicol dieter dimetacrilato (Bis-EMA). O Bis-EMA tem sido empregado nas resinas compostas mais atuais por ser um monômero menos hidrófilo, apresentando uma estrutura molecular semelhante ao Bis-GMA, porém com dois grupamentos hidroxila a menos [26].

Baseado nas características dos monômeros resinosos [26], seria de se esperar um comportamento mais favorável do compósito Filtek Z250 com relação à sorção de água, o que não foi observado neste estudo. Desta forma, sugere-se que não só a composição da matriz deva ser considerada, mas também a quantidade de cada

monômero utilizado. Adicionalmente, os componentes inorgânicos das resinas compostas também podem contribuir para os diferentes graus de sorção. Apesar de não existir uma absorção considerável de água nas partículas de carga [9], pode haver acomodação de água na interface entre as partículas e a matriz, o que provocaria um efeito deletério desta união com o decorrer do tempo [10]. Diferenças observadas na absorção de água podem ser atribuídas à natureza das partículas e a efetividade de sua silanização [9,27,28]. Os compósitos Herculite XRV e Tetric Ceram apresentam basicamente partículas vítreas na sua composição, enquanto a resina composta Filtek Z250 apresenta sílica-zircônia, a qual pode ser responsável por uma silanização menos efetiva [27]. Este fato poderia explicar a maior sorção da resina Filtek Z250 em relação às demais resinas compostas. O período de 28 dias de armazenamento para esta resina acarretou em um aumento pronunciado dos índices de sorção, quando comparado com as outras resinas compostas, no mesmo período. Este comportamento da resina Filtek Z250 foi o fator determinante para a identificação de interações entre resina x fonte de luz e resina x período de armazenamento.

Os resultados apresentados pela resina composta Herculite XRV no presente estudo podem estar associados a uma maior densidade de ligações cruzadas [11,26] e grau de conversão atribuídos ao copolímero Bis-GMA / TEGDMA [29]. Esta combinação promove um sinergismo na taxa de polimerização e uma melhor compatibilidade entre ambos [29].

A medida da solubilidade dos materiais resinosos reflete a quantidade de monômeros residuais liberados para a água [11,18,28], além de outras substâncias de baixa massa molecular, como elementos das partículas de carga [10,20,30] e fotoiniciadores [18,21].

Na metodologia empregada neste estudo e preconizada pelas normas da ISO [23], a desidratação inicial e final dos espécimes pode afetar diretamente o valor de solubilidade dos compósitos. Se o material não for totalmente desidratado no início do processo, os valores de solubilidade podem refletir somente o término de dessecação do espécime. Um estudo recente avaliou a solubilidade de diferentes materiais com e sem o ciclo de dessecação inicial e concluiu que há um aumento de até 8 vezes na solubilidade, quando os espécimes não são desidratados [31]. Apesar da norma 4049 da ISO [23] sugerir 2 a 3 semanas para obtenção de massa constante, neste estudo, foram necessários 60 dias, período indicado por um teste-piloto. Este tempo foi igual ao que Sarret, Söderholm e Batich (1991) [4] utilizaram para desidratação de seus espécimes antes da imersão em água.

As resinas compostas testadas apresentaram maiores valores de solubilidade no período de 24 horas, o que demonstra que a maior perda dos componentes resinosos ocorre no início da imersão em água [18], diferente de outros estudos onde a solubilidade se mostrou crescente em função do tempo [19,32]. No período de 24 horas, a maior solubilidade encontrada na resina Filtek Z250, quando comparada à Herculite XRV, pode ser atribuída a diferenças na composição de sua matriz resinosa. Sideridou et al (2003) [26] reportaram menor solubilidade do copolímero Bis-GMA/TEGDMA, quando comparado a copolímeros de UDMA e Bis-EMA. Adicionalmente, os mesmos autores encontraram maior grau de conversão em matrizes à base de Bis-GMA e TEGDMA [29]. Esta afirmação está de acordo com outros estudos [5,11,18,21] que relacionaram um menor grau de conversão a uma maior quantidade de componentes lixiviáveis.

Além da matriz resinosa, os componentes inorgânicos também podem influenciar a solubilidade dos compósitos. Söderholm et al (1996) [30] encontraram

maior lixiviação de partículas de bário em materiais com matrizes resinosas à base de UDMA em água destilada, quando comparadas à matriz de Bis-GMA. As partículas de vidro de bário encontradas na Tetric Ceram podem também causar maior lixiviação de outros componentes inorgânicos, principalmente o silício [20,30].

A presença de partículas de sílica-zircônia no compósito Filtek Z250 pode ser a causa de sua maior solubilidade nas primeiras 24 horas em água. Ferracane (1994) [18] relatou solubilidade significativamente maior da resina composta Z100, em um período de 48 horas, que também contém estas mesmas partículas, comparada a outras resinas compostas, como a Herculite. O compósito Filtek Z250 demonstrou uma redução significativa nos outros períodos de armazenamento, alcançando até mesmo valores negativos em 28 dias. Como discutido anteriormente, as partículas de sílica-zircônia podem não ser adequadamente cobertas pelo silano [27], o que parece favorecer tanto a sorção de água, quanto seu aprisionamento no interior da resina composta. Outros trabalhos também mostraram valores negativos de solubilidade para materiais restauradores resinosos com períodos prolongados de armazenamento [16,19].

O comportamento das resinas compostas está diretamente relacionado ao modo como as resinas compostas são polimerizadas [33]. Neste estudo, a polimerização foi realizada com duas unidades fotopolimerizadoras, uma à base de luz halógena e outra LED, ambas utilizadas com mesma intensidade e tempo de exposição. Diversos estudos têm demonstrado que a utilização de mesma densidade de energia (potência x tempo de exposição), mesmo com diferentes fontes de luz, resulta em propriedades semelhantes das resinas compostas [34-36]. Outro fator que pode influenciar a efetividade de polimerização das resinas compostas é o comprimento de onda emitido pela unidade fotopolimerizadora [37]. Diferentemente das lâmpadas halógenas, os LEDs emitem um espectro de luz mais estreito, porém ambos abrangem o espectro de absorção da

canforoquinona (450-500 nm) [37]. Este é um dos fatores que podem ter contribuído na obtenção dos resultados similares de sorção e solubilidade entre os aparelhos fotopolimerizadores de luz halógena e LED, uma vez que todos os compósitos utilizados no presente estudo apresentam a canforoquinona como fotoiniciador.

Atualmente, a tecnologia de polimerização de resinas compostas utilizando LEDs de segunda geração tem se mostrado tão eficiente quanto à polimerização convencional com luz halógena [38,39], desde que se considere a composição das resinas compostas [39].

A hipótese nula foi confirmada, uma vez que não houve diferença na sorção e solubilidade das resinas testadas, quando polimerizadas com luz halógena e LED. Portanto, as diferenças encontradas não se devem ao tipo de fotopolimerização, mas provavelmente a fatores inerentes às resinas compostas.

7. Conclusões

- A sorção e a solubilidade das resinas compostas testadas não foram afetadas pela polimerização com diferentes fontes de luz;
- A sorção das resinas compostas aumentou com o tempo prolongado de armazenamento;
- A resina composta Herculite XRV apresentou menor sorção de água entre os compósitos testados;
- Os diferentes períodos de armazenamento não influenciaram a solubilidade das resinas compostas, com exceção da Filtek Z250.

8. Referências

1. Oysaed H, Ruyter IE. Composites for use in posterior teeth: Mechanical properties tested under dry and wet conditions. *J Biomed Mater Res* 1986; 20 (2): 261-271.
2. Calais JG, Söderholm K-JM. Influence of filler type and water exposure on flexural strength of experimental composite resins. *J Dent Res* 1988; 67(5): 836-40.
3. Söderholm K-JM, Roberts MJ. Influence of water exposure on the tensile strength of composites. *J Dent Res* 1990; 69(12): 1812-1816.
4. Sarrett DC, Söderholm K-JM, Batich CD. Water and abrasive effects on three-body wear of composites. *J Dent Res* 1991; 70(7):1074-1081.
5. Pearson GJ, Longman CM. Water sorption and solubility of resin-based materials following inadequate polymerization by a visible-light curing system. *J Oral Rehabil* 1989; 16: 57-61.
6. Yap AUJ, Wee KEC. Effects of cyclic temperature changes on water sorption and solubility of composite restoratives. *Oper Dent* 2002; 27: 147-153.
7. Braden M, Causton EE, Clarke RL. Diffusion of water in composite filling materials. *J Dent Res* 1976; 55: 730-732.
8. Fan PL, Edahl A, Leung RL, Standford JW. Alternative interpretations of water sorption values of composite resins. *J Dent Res* 1985; 64(1):78-80.
9. Kalachandra S, Wilson TW. Water sorption and mechanical properties of light-cured proprietary composite tooth restorative materials. *Biomaterials* 1992; 13 (2): 105-109.
10. Söderholm KJ, Zigan M, Ragan M, Fischlschweiger W, Bergman M. Hydrolytic degradation of dental composites. *J Dent Res* 1984; 63 (10): 1248-1254.

11. Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater* 2005; xx: 1-12.
12. Bowen RL, Rapson JE, Dickson G. Hardening shrinkage and hygroscopic expansion of composite resins. *J Dent Res* 1982; 61(5): 654-658.
13. Torstenson B, Brännström M. Contraction gap under composite resin restorations: effect of hygroscopic expansion and thermal stress. *Oper Dent* 1988; 13:24-31.
14. Momoi Y, McCabe JF. Hygroscopic expansion of resin based composites during 6 months of water storage. *Br Dent J* 1994; 176:91-6.
15. Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL. Relaxation of polymerization contraction shear stress by hygroscopic expansion. *J Dent Res* 1990; 69(1):36-39.
16. Martin N, Jedyakiewicz NM, Fisher AC. Hygroscopic expansion and solubility of composite restoratives. *Dental Materials* 2003; 19: 77-86.
17. Yap AUJ, Wang HB, Siow KS, Gan LM. Polymerization shrinkage of visible-light-cured composites *Oper Dent* 2000; 25(1): 98-103.
18. Ferracane JL. Elution of leachable components from composites. *J Oral Rehabil* 1994; 21: 441-452.
19. Örtengren U, Wellendorf H, Karlsson S, Ruyter IE. Water sorption and solubility of dental composites and identification of monomers released in an aqueous environment. *J Oral Rehabil* 2001; 28:1106-1115.
20. Söderholm K-JM. Leaking of fillers in dental composites. *J Dent Res* 1983; 62 (2): 126-130.
21. Lygre H, Hol PJ, Solheim E, Moe G. Organic leachables from polymer-based dental filling materials. *Eur J Oral Sci* 1999; 107: 378-383.

22. von Fraunhofer JA, Curtis Jr P. Physical and mechanical properties of anterior and posterior composite restorative materials. *Dent Mater* 1989; 5: 365-368.
23. International Organization for Standardization. ISO 4049: Dentistry polymer – based filling, restorative and luting materials. Switzerland, 2000.
24. Martin N, Jedyakiewicz N. Measurement of water sorption in dental composites. *Biomaterials* 1998; 19: 77-83.
25. Sakagushi RL. Review of the current status and challenges for dental posterior restorative composites: clinical, chemistry, and physical behavior considerations. Summary of discussion from the Portland Composites Symposium (POCOS) June 17-19, 2004, Oregon Health and Science University, Portland, Oregon. *Dent Mater* 2005; 21: 3-6.
26. Sideridou I, Terski V, Papanastasiou G Study of water sorption, solubility and modulus of elasticity of light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials* 2003; 24: 655-665.
27. Mohsen NM, Craig RG. Hydrolytic stability of silanated zirconia-silica-urethane dimethacrylate composites. *J Oral Rehabil* 1995; 22:213-220.
28. Toledano M, Osorio R, Osorio E, Fuentes V, Prati C, Garcia-Godoy F. Sorption and solubility of resin-based restorative dental materials 2003; 31: 43-50.
29. Sideridou I, Terski V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials* 2002; 23: 1819-1829.
30. Söderholm K-JM, Mukherjee R, Longmate J. Filler leachability of composites stored in distilled water or artificial saliva. *J Dent Res* 1996; 75(9): 1692-1699.

31. Mortier E, Gerdolle DA, Dahoun A, Panighi MM. Influence of initial water content on the subsequent water sorption and solubility behavior in restorative polymers. *Am J Dent* 2005; 18(3): 177-81.
32. Palin WM, Fleming GJP, Burke FJT, Marquis PM, Randall RC. The influence of short and medium-term water immersion on the hydrolytic stability of novel low-shrink dental composites. *Dent Mater* 2005; 21: 852-863.
33. Emami N, Söderholm K-JM. How light irradiance and curing time affect monomer conversion in light-cured resin composites. *Eur J Oral Sci* 2003; 111: 536-542.
34. Mills RW, Uhl A, Blackwell GB, Jandt KD. High power light emitting diode (LED) arrays versus halogen light polymerization of oral biomaterials: Barcol hardness, compressive strength and radiometric properties. *Biomaterials* 2002; 23: 2955-2963.
35. Moon HJ, Lee YK, Lim BS, Kim CW. Effects of various light curing methods on the leachability of uncured substances and hardness of a composite resin. *J Oral Rehabil* 2004; 31: 258-264.
36. Vandewalle KS, Roberts HW, Tiba A, Charlton DG. Thermal emission and curing efficiency of LED and halogen curing lights. *Oper Dent* 2005; 30(2): 257-264.
37. Leonard DL, Charlton DG, Roberts HW, Cohen ME. Polymerization efficiency of LED curing lights. *J Esthet Restor Dent* 2002; 14:286-295.
38. Bala O, Üçtaşlı MB, Tüz MA. Barcoll hardness of different resin-based composites cured by halogen or light emitting diode (LED). *Oper Dent* 2005; 30 (1): 69-74.

39. Uhl A, Sigush BW, Jandt KD. Second generation LEDs for the polymerization of oral biomaterials. *Dent Mater* 2004; 20: 80-87.

9. Tabelas

Tabela 1: Perfil técnico das resinas compostas avaliadas no estudo.

Material	Fabricante	Nº do lote	Polímero	Partículas	tamanho da partícula	carga/volume	carga/peso
Herculite XRV	Kerr Manufacturing, Orange, CA, USA	14546	Bis-GMA, TEGDMA	Vidro de borossilicato de alumínio e Sílica coloidal	0,6 µm	59%	79%
Tetric Ceram	Ivoclar AG, Schaan, Liechtenstein	G18572	Bis-GMA, TEGDMA, UDMA	Vidro de bário, trifluoreto de itérbio, vidro de fluorsilicato de alumínio e bário	0,7 µm	62%	81%
Filtek Z250	3M Dental Products, St. Paul, MN, USA	4LU	Bis-GMA, TEGDMA, UDMA, Bis-EMA	Zircônia/sílica	0,6 µm	60%	80%

Bis-GMA: bisfenol-A glicidil dimetacrilato
UDMA: uretano dimetacrilato
TEGDMA: trietilenoglicol dimetacrilato
Bis-EMA: bisfenol-A polietilenoglicol diéter dimetacrilato

Tabela 2: Média e desvio-padrão de sorção e solubilidade das resinas compostas para o fator fonte de luz.

Fonte de Luz	n	Sorção	Solubilidade
Halógena	90	15,92 (6,48) ^a	0,33 (0,36) ^a
LED	89	16,06 (6,45) ^a	0,26 (0,41) ^a

* grupos com letras iguais não apresentam diferenças estatisticamente significantes ($p > 0,01$)

Tabela 3: Média e desvio-padrão de sorção e solubilidade das resinas compostas após diferentes períodos de armazenamento em água.

Resina	Período	n	Sorção	Solubilidade
Herculite	24 horas	20	7,64 (0,40) ^a	0,20 (0,20) ^{a,b,c}
	7 dias	20	15,08 (0,33) ^d	0,10 (0,28) ^{a,b}
	28 dias	20	16,44 (0,34) ^e	0,19 (0,27) ^{a,b,c}
Tetric	24 horas	20	8,45 (0,43) ^b	0,45 (0,22) ^{b,c,d}
	7 dias	19	17,60 (0,53) ^f	0,40 (0,40) ^{b,c,d}
	28 dias	20	18,86 (0,68) ^g	0,36 (0,51) ^{b,c,d}
Z250	24 horas	20	9,35 (0,47) ^c	0,72 (0,29) ^d
	7 dias	20	22,61 (0,47) ^h	0,32 (0,40) ^{b,c}
	28 dias	20	27,95 (0,29) ⁱ	-0,07 (0,21) ^a

* grupos com letras diferentes apresentam diferenças estatisticamente significantes ($p < 0,01$)

Anexos

10.1 Revisão da literatura

4. Sarret, Söderholm e Batich (1991) verificaram a resistência ao desgaste de três corpos de uma resina híbrida (Oclusin), uma resina de partículas pequenas (Prisma-Fil) e uma resina microparticulada (Silux). Foram investigados o efeito da água na resistência ao desgaste dos compósitos, o efeito do tipo de abrasivo no padrão de desgaste, a relação entre o desgaste e sorção e a degradação hidrolítica. O padrão de desgaste das resinas foi comparado *in vitro* e *in vivo*. Para determinação da quantidade de água absorvida durante o armazenamento, os espécimes foram inicialmente desidratados durante 2 meses em um dessecador contendo sulfato de cálcio e pesados semanalmente. Após a desidratação, os 100 espécimes foram divididos em 5 grupos: um grupo sem imersão em água e os outros grupos foram divididos em diferentes tempos de imersão em água destilada a 37°C: 2, 4 6, ou 24 meses. Depois do tempo de armazenamento, os espécimes foram secos e pesados novamente antes do teste de desgaste. Assim, o volume de água absorvida pôde ser calculado. Os resultados demonstraram maior resistência ao desgaste para a resina híbrida, enquanto os menores foram verificados para a resina de micropartícula. O armazenamento em água não afetou a taxa de desgaste do compósito híbrido, enquanto uma redução da resistência ao desgaste foi observada para os outros materiais. A resina de micropartículas absorveu mais água, devido a maior quantidade de matriz orgânica presente no material. A maior parte da água absorvida por todos os materiais ocorreu durante os dois primeiros meses, e os maiores valores foram observados em 24 meses. A menor resistência ao desgaste da Silux pode ser devido ao pronunciado efeito plasticizador da água ou porque a menor quantidade de partículas torna este material mais suscetível ao desgaste pelo abrasivo.

5. Pearson e Longman (1989) pesquisaram a sorção e a solubilidade de três resinas híbridas e uma de micropartícula e os efeitos da inadequada polimerização sobre estas propriedades. Cinco discos de 15 mm de diâmetro por 0,5 mm de espessura foram preparados para cada tipo de resina. Os materiais foram fotopolimerizados pelo Visilux 2 com 4 exposições de 60 segundos. Os discos foram colocados em um dessecador a 37°C até obtenção de uma massa constante. Os espécimes foram imersos em água por 1, 6 e 24 horas e subsequentemente em intervalos de 2 dias. Os discos foram secos,

pesados novamente e retornaram para a água. Este ciclo continuou até que uma massa constante fosse obtida. Então, os discos foram removidos da água e novamente colocados no dessecador até uma massa constante ser obtida. Dois materiais foram selecionados para avaliar a eficiência da polimerização com uma fonte de luz visível. Foram confeccionados discos de 15 mm X 3mm e a polimerização foi de quatro exposições de 15 segundos. Medidas de dureza do topo e da base dos discos foram realizadas após remoção do molde. O ciclo de dessecamento e imersão foi repetido para essas resinas. Os resultados foram expressos pelo percentual de massa ganha em relação ao volume inicial. O material à base de UDMA mostrou os menores valores de sorção de água. O material de micropartículas mostrou a maior absorção de água. A resina à base de UDMA também mostrou os menores valores de solubilidade e a de micropartícula foi menor que uma das resinas híbridas. Os valores obtidos foram dependentes do tipo de matriz e sistema da matriz resinosa. A incompleta polimerização de dois materiais resultou no aumento da sorção e solubilidade devido à incompleta conversão dos monômeros. A dureza da base também foi notadamente menor que a do topo dos discos.

9. Kalachandra e Wilson (1992) utilizaram sete marcas comerciais de resinas compostas para determinar a quantidade de água absorvida. Resinas experimentais com e sem carga também foram avaliadas em relação ao módulo de elasticidade e temperatura de transição do vidro por um analisador mecânico dinâmico (Autovibron DDV-II-C), assim como em relação à sorção de água. Os resultados mostraram que a imersão em água aumentou a massa e alcançou valores aparentemente constantes após alguns dias. Após a saturação dos espécimes, a incineração das resinas mostrou que não há considerável absorção pelas partículas propriamente ditas. O coeficiente de difusão aumentou para as resinas com carga. Os autores concluíram que as resinas com carga acomodam água na interface entre matriz e partículas e isto é suportado também pelas mudanças no módulo de elasticidade. Variações na quantidade de água absorvida entre a matriz e as partículas são dependentes da natureza da partícula, do uso do agente de silanização e do método de polimerização. Também concluíram que a sorção de água é um processo de difusão controlada. A absorção de água foi menor em materiais com silanização efetiva entre matriz resinosa e partículas.

10. Söderholm, Zigan, Ragan, Fischlschweiger e Bergman (1984) investigaram a liberação de partículas de carga da resina composta após imersão em água com o uso de espectrofotômetro de absorção atômica. Foram utilizadas três resinas para restaurações em posterior e uma de micropartículas. Cinco espécimes de cada resina foram transferidos para um tubo de ensaio com 7 mL de água destilada e armazenados a 60°C por 30 dias. Este procedimento foi repetido por 6 vezes. Os resultados mostraram que não houve uma regular liberação em diferentes períodos de tempo (1 – 6 meses). Todos os materiais liberaram mais componentes durante ou após o quarto mês. Alumínio, silício e estrôncio foram os principais componentes liberados das partículas de carga para a água e suas quantidades se mostraram dependentes da composição das partículas. Materiais compostos por quartzo, assim como sílica pirolítica, lixiviaram menos silício que os compósitos com partículas de vidro e/ou estrôncio. A análise de MEV revelou propagação de trincas em alguns materiais. Foi estabelecida uma correlação entre as micro-trincas na matriz e a lixiviação dos componentes. Os autores enfatizaram que estas rachaduras são resultados da pressão osmótica maior na interface entre a partícula e a matriz devido à degradação hidrolítica. Concluíram que dos materiais analisados a resina de micropartícula demonstrou ser a mais estável em relação à formação de rachaduras e isto pode ser explicado pela composição e formato das partículas e pela estrutura específica desta resina.

11. Ferracane (2005) fez uma revisão a respeito dos efeitos higroscópicos e hidrolíticos sobre a rede polimérica de materiais resinosos. O autor ressaltou que os fenômenos de sorção e solubilidade podem servir como precursores de uma variedade de processos químicos e físicos, além de produzirem efeitos deletérios na estrutura e função do material polimérico. Estes efeitos incluem mudanças volumétricas, tais como aumento de volume, mudanças físicas, como plasticização, e mudanças químicas, como oxidação e hidrólise. As propriedades da rede podem ser permanentemente alteradas por esses fenômenos, comprometendo o desempenho dos polímeros. Características químicas importantes como a hidrofiliabilidade, e parâmetros estruturais como densidade de ligações cruzadas e a porosidade da rede polimérica foram discutidos. Em adição, o autor relatou que a presença de partículas reforçadas pode influenciar significativamente a sorção e a solubilidade da estrutura. A presença de partículas na matriz afeta a absorção do solvente e a dissolução destas partículas apresenta relação direta com sua proporção e redução do volume de matriz. Há evidências que a qualidade da interface

matriz/partícula influencia a extensão pela qual o compósito é afetado pelos solventes. A absorção de água ou solvente por um compósito pode causar aumento de volume, o que afeta as dimensões da restauração. Outro fator que pode influenciar a sorção de água é o grau de conversão do polímero. A absorção de água é acompanhada por uma perda dos componentes não reagidos, levando a uma redução de volume do material. Assim, a alteração dimensional de uma rede polimérica em um solvente é algo complexo e difícil de prever, e é muito material dependente. Todos os componentes das resinas compostas são capazes de serem liberados da rede polimérica, e podem constituir um problema biológico.

14. Momoi e McCabe (1994) estudaram a relação entre a força gerada pela expansão higroscópica dos materiais resinosos contra as paredes cavitárias e a sorção de água durante um período de seis meses. Esta investigação foi realizada medindo-se a força necessária para deslocar os materiais testados de cavidades cilíndricas, desta forma, foi possível estimar a pressão nas paredes cavitárias pela medida da força de deslocamento. Os resultados obtidos antes e após a imersão em água foram relacionados com os valores de sorção. O módulo de Young também foi determinado. A magnitude da força foi maior para as resinas compostas de micropartículas, que apresentaram a maior absorção de água. A menor força foi observada nas resinas compostas híbridas. A magnitude da força foi independente do módulo de elasticidade do material, porém os dois materiais com menor módulo apresentaram os maiores valores de força de deslocamento. A sorção de água foi maior durante o primeiro mês, quando houve uma estabilização. Porém, a força para deslocar os espécimes continuou a aumentar até o sexto mês, demonstrando que este é um processo que ocorre em longo prazo. Os autores concluíram que a absorção devido à expansão higroscópica pode ser capaz de rapidamente compensar os efeitos da contração de polimerização.

16. Martin, Jedykiewicz e Fisher (2003) avaliaram as mudanças de dimensão, de massa e de solubilidade (vol%) de seis compósitos restauradores (Ariston, Solitaire, Definite, Spectrum TPH, SureFil, Pertac II), após um período de 64 dias de imersão em água deionizada ou saliva artificial. Foram confeccionados discos com 10 mm de diâmetro por 1 mm de espessura. Após a polimerização, todos os discos foram mantidos em um dessecador a 37°C por 48 horas, para assegurar completa polimerização e desidratação do espécime e permitir determinação gravimétrica de sorção e solubilidade

a partir de uma referência. Medidas foram determinadas com um micrômetro radial de laser automático e a pesagem com balança analítica. Metade dos espécimes foi imersa em água destilada e a outra metade em saliva artificial e as medidas foram realizadas com intervalos de 1, 3, 5 e 7 dias, e depois semanalmente até 64 dias. Os resultados mostraram que todos os materiais sofreram expansão volumétrica e mudança de massa como resultado da imersão em água ou saliva artificial. Comparação entre saliva e água deionizada não mostrou diferença estatística em relação à mudança de volume, mas foi detectada diferença significativa com relação à análise gravimétrica. Um dos materiais imersos em água destilada e todos os materiais imersos em saliva artificial mostraram valores negativos de solubilidade. Os autores concluíram que a natureza da solução de imersão usada nos estudos *in vitro* tem um efeito distinto sobre os resultados obtidos para alguns materiais.

18. Ferracane (1994) estudou a solubilidade de monômeros residuais resultantes da polimerização incompleta das resinas compostas. Previamente, o autor fez uma revisão sobre o processo de lixiviação. Destacou que qualquer componente da resina composta pode ser lixiviado e que o TEGDMA é o componente mais lixiviado entre os monômeros não reagidos. Embora uma maior lixiviação ocorra com o tempo, a maior parte dos espécimes são lixiviados dentro de horas. A extensão desta lixiviação é maior com solventes orgânicos do que com água. Salientou que o grau de conversão tem relação inversa com o grau de lixiviação. O autor utilizou seis resinas comerciais para demonstrar o efeito do grau de conversão e do tipo de solvente na lixiviação dos componentes resinosos. Foram confeccionados discos de 6 mm x 2 mm polimerizados por 30 ou 60 segundos, com imersão em água destilada ou solução de 75% de etanol/água durante 2 dias de armazenamento. O grau de conversão foi determinado por FTIR. Os resultados mostraram que a lixiviação destes componentes é rápida, ocorrendo quase que totalmente nas primeiras horas, e que a perda de massa foi de aproximadamente 2 % do seu peso inicial. Não houve diferença significativa para as resinas testadas, exceto para a Z100 que foi significativamente maior. A composição e as características do solvente também influenciaram o processo de lixiviação.

19. Örtengren, Wellendorf, Karlsson e Ruyter (2001) testaram a sorção e a solubilidade de três resinas compostas (Alcaglass, Targis e TPH Spectrum) e três cimentos resinosos (C&B Cement, Sono Cem e Variolink II), seguindo a norma 4049 da ISSO. A única

exceção foi com relação à primeira pesagem dos discos, que foi realizada logo após a sua fabricação, sem a desidratação inicial dos espécimes. Os espécimes foram imersos em água deionizada com períodos de armazenamento de 4h, 24h, 7, 60 e 180 dias. Os monômeros não reagidos da matriz orgânica e que foram liberados para a água foram analisados e identificados pela cromatografia líquida de alta performance (HPLC). Os resultados mostraram aumento significativo na sorção de água até os materiais alcançarem um equilíbrio, com exceção de um material, que mostrou significativo aumento de sorção em 180 dias. O comportamento de solubilidade mostrou variações, com perda e aumento de massa entre os períodos de tempo avaliados. O material Spectrum TPH mostrou os mesmos valores de solubilidade para todos os períodos de armazenamento em água. A análise dos monômeros liberados mostrou que o TEGDMA foi a principal substância liberada, mas UDMA e Bis-GMA também foram detectados. Na conclusão do trabalho os autores citaram que a composição da matriz é um fator importante na sorção e solubilidade das resinas compostas e que as reações químicas entre a água e as partículas de carga podem resultar em aumento de massa dos materiais.

20. Söderholm (1983) estudou a solubilidade das partículas de carga de quatro resinas compostas após armazenamento em água. Inicialmente, a composição das partículas de cada material, seu conteúdo e estrutura cristalina foram determinados. Discos de 15 mm x 0,85 mm foram armazenados em 10 mL de água destilada a 60°C por 30 dias, quando houve troca da água e armazenamento por mais 30 dias. Após 60 dias, os tubos de água de 30 dias foram analisados por um espectômetro de plasma para determinar as concentrações de Al, B, Ba, Mg, Sb, Sr, Ti, e Si. Observou-se que as resinas microparticuladas apresentavam a metade do conteúdo inorgânico das resinas híbridas. Houve liberação Si em todas as resinas. No segundo período de imersão, a resina microparticulada liberou mais Si que no primeiro, indicando que este material liberou maiores quantidades de Si. O autor considerou que a água causa solubilidade dos componentes das partículas das resinas compostas e as partículas de quartzo são mais estáveis que outras partículas. Essa solubilidade pode ser explicada pelo ataque corrosivo da água e pela presença de íons hidroxila nas partículas de carga.

21. Lygre, Solheim, Moe (1999) fizeram a separação e identificação dos componentes orgânicos lixiviáveis de três materiais à base de polímero (PBDF) usando cromatografia a gás e espectrometria de massa. Neste estudo, o grande número de componentes

lixiviáveis de cada material demonstrou a diversidade de componentes orgânicos lixiviáveis dos materiais poliméricos. A provável explicação dada pelos autores é a conversão incompleta destes tipos de materiais. Um baixo grau de conversão geralmente resulta em mais componentes lixiviáveis. A canforoquinona foi o único componente identificado em todos os materiais. Os resultados contribuíram para caracterizar os componentes com potencial deletério dos materiais restauradores à base de polímeros.

24. Martin e Jedyakiewicz (1998) mediram as mudanças de dimensão e de massa resultante da sorção de água de materiais resinosos fotopolimerizados usando um micrômetro a laser e uma balança de precisão. Os materiais utilizados foram: uma resina composta microhíbrida (Prisma TPH), um cimento resinoso dual (Dicor MGC) e um compômero (Dyract). Os discos foram colocados em um dessecador por 48 h, imersos em água deionizada estéril a 37°C, pesados e medidos periodicamente até 24 meses. Este estudo mostrou expansão higroscópica e aumento de massa significativamente maior do compômero que dos outros materiais, com pico acima de 150 dias. Os outros materiais mostraram um pico de expansão em torno de 90 dias. Aumento tanto em dimensão quanto em massa dos materiais foi observado durante o período de 720 dias. Os autores apontaram que, a partir dos dados deste estudo, o período de sete dias não parece ser tempo suficiente para observar o verdadeiro comportamento higroscópico dos materiais resinosos e pode indicar apenas 50% das suas alterações dimensionais.

25. Sakagushi (2005) apresentou um resumo de sua conferência no Simpósio sobre Compósitos de Portland (POCOS), em 2004, a respeito do estágio atual das resinas compostas para uso em dentes posteriores. Considerações clínicas, a química das resinas compostas e o seu comportamento físico foram os principais temas de discussão no evento. Foram discutidos os critérios de avaliação clínica, as principais falhas das resinas compostas e sua relação com testes laboratoriais. Mudanças na composição das matrizes resinosas devem alterar seus mecanismos de polimerização. Desta forma, diferentes métodos de avaliação se fazem necessários. Quanto às propriedades físicas das resinas, o autor chamou a atenção sobre a falta de padronização dos testes laboratoriais. Como exemplo, citou testes de sorção de água, que geralmente são conduzidos por 1 ou 7 dias, e que seria mais relevante clinicamente estender estes períodos por mais tempo. Para o autor, a definição da longevidade de uma restauração

ainda permanece obscura. Segundo Sakagushi, os testes laboratoriais precisam aumentar seu tempo de avaliação. Pesquisadores precisam ser mais detalhistas e precisos para descrever seus métodos experimentais, para que estes possam ser reproduzíveis.

26. Sideridou, Tserki e Papanastasiou (2003) produziram resinas sem carga com diferentes misturas dos monômeros Bis-GMA, TEGDMA, UDMA e Bis-EMA e estudaram o efeito da estrutura química sobre as propriedades físicas de sorção, solubilidade e módulo de elasticidade dessas misturas e de seus monômeros puros. Duas resinas comerciais Z100 e Z250, que contém as mesmas partículas de carga, mas diferentes matrizes resinosas, também foram estudadas. Os testes de sorção e solubilidade foram conduzidos de acordo com as especificações nº 27 da ADA. Para o teste de módulo de elasticidade foram confeccionadas barras de 2 mm x 2 mm x 70 mm. Com os dados do grau de conversão de um estudo prévio, foi calculado a densidade de ligações cruzadas. Os resultados mostraram que o TEGDMA parece criar a rede polimérica mais densa, que é mais flexível, absorve a maior quantidade de água e libera menor quantidade de monômeros não reagidos. UDMA e Bis-EMA criam redes mais rígidas que TEGDMA, que absorvem menos água e liberam maior quantidade de monômeros não reagidos. Bis-GMA leva a uma formação de cadeia polimérica mais rígida, que absorve menor quantidade de água que a matriz formada por TEGDMA. Porém, em maior quantidade que as matrizes de UDMA e Bis-EMA. Resinas preparadas com Bis-GMA/ TEGDMA mostraram valores significativamente maiores de módulo de elasticidade que outras combinações. A gradual troca do TEGDMA por UDMA e Bis-EMA na copolimerização com Bis-GMA resultou em resinas mais flexíveis, com menor sorção de água e maiores valores de solubilidade, dependendo do conteúdo de TEGDMA. A resina Z250 mostrou maior módulo de Young, menor sorção e solubilidade que Z100. Estas diferenças entre os compósitos podem estar associadas ao maior conteúdo de partículas apresentada pela resina Filtek Z250 e a diferença estrutural da sua matriz orgânica.

27. Mohsen e Craig (1995) avaliaram a estabilidade hidrolítica da camada de silanização pela resistência à tração diametral e transversa das resinas compostas após envelhecimento acelerado em água fervente em até 108h. A sorção de água dos compósitos também foi avaliada durante este período. Os compósitos foram preparados com matriz de UDMA e partículas de zircônia-sílica. A silanização foi realizada tanto

com MAPM (3-metacriloxipropiltrimetoxilano) como APM (3-acriloxipropiltrimetoxisilano) com diferentes métodos: com soluções de etanol (método A), adição direta do silano às partículas em temperatura ambiente – 24°C (método B) e nos pontos de ebulição dos silanos (método C). Calculada a quantidade de silano necessária para um tratamento mínimo de cobertura uniforme, foram utilizadas quantidades de silano três vezes maiores para todos os métodos. A silanização com um mínimo de cobertura foi utilizada no método A. Os resultados mostraram que ambos os silanos aumentaram a resistência à tração diametral e transversa e diminuíram a sorção de água comparativamente aos controles não silanizados. A silanização com MAPM a partir da solução de etanol, com três vezes a quantidade mínima, mostrou os melhores resultados. A resistência à tração mostrou ser um teste prognóstico da efetividade dos tratamentos de silanização.

28. Toledano, Osorio, Osorio, Fuentes, Prati e Garcia-Godoy (2003) mediram a sorção e solubilidade de diferentes materiais resinosos: duas resinas compostas, quatro resinas compostas modificadas por poliácidos e dois cimentos de ionômero de vidro fotopolimerizados. O efeito do tratamento pós-polimerização (110°C por 8 minutos e refrigeração de 40°C) dos compósitos sobre estas propriedades também foi avaliado. Cinco discos de cada material foram preparados e polimerizados com luz halógena. Os dados de sorção e solubilidade foram obtidos pela pesagem dos discos, após colocação em dessecador contendo sulfato de cálcio, até obtenção de massa constante. Novas pesagens foram realizadas depois de imersão em água a 37°C e após acondicionamento dos espécimes em um dessecador até obtenção de massa constante e subsequente secagem em um forno a 60°C por 24 horas. Microscopia eletrônica de varredura dos discos foi realizada. Os valores de sorção e solubilidade obtidos para os materiais testados sugerem que matriz e partículas nem sempre estão efetivamente unidas. Os valores obtidos se mostraram dependentes principalmente do tipo de material e variações na composição da matriz dos materiais de mesmo tipo.

29. Sideridou, Tserki e Papanastasiou (2002) investigaram a influência da estrutura química dos dimetacrilatos mais comumente utilizados nas resinas compostas (Bis-GMA, TEGDMA, UDMA e Bis-EMA) sobre seu grau de conversão. A homopolimerização desses monômeros e a copolimerização de dois ou mais

monômeros com variações na composição foram realizadas. Os espécimes foram irradiados por sucessivos períodos de tempos, os quais receberam exposição cumulativa por 10, 20, 40, 60, 80, 120, 180 e 240s. O grau de conversão foi determinado por um espectrofotômetro FT-IR. Os resultados obtidos permitiram calcular o limite do grau de conversão: Bis-GMA<Bis-EMA<UDMA<TEGDMA. O TEGDMA mostrou o maior limite no grau de conversão e a maior concentração de duplas ligações por unidade de massa. As misturas de Bis-GMA/TEGDMA mostraram a taxa máxima do limite de grau de conversão. Este resultado mostrou um efeito sinérgico dos componentes desta mistura na taxa de polimerização, o que pode ser atribuído ao melhor efeito plasticizador do TEGDMA no Bis-GMA, quando comparado ao UDMA e Bis-EMA. O limite do grau de polimerização do Bis-GMA quando associado a mais de um comonômero mostrou valores um pouco menores que aqueles das outras misturas.

30. Söderholm, Mukherjee e Longmate (1996) utilizaram 128 unidades de resinas compostas experimentais. Na metade dos espécimes foi utilizada matriz de Bis-GMA/TEGDMA e na outra, matriz de UDMA/TEGDMA. Tanto sílica como vidro de bário foram incorporados a estas matrizes. A silanização das partículas foi seguida de uma secagem a 60°C por 24 h. Metade das partículas silanizadas recebeu um tratamento de aquecimento adicional de 1 h a 110°C a vácuo. Um espécime por grupo foi estocado em água destilada e o outro em saliva artificial. Após cada intervalo de 30 dias, durante um ano, os espécimes foram transferidos para nova água destilada ou saliva artificial. As soluções armazenadas anteriormente foram analisadas por ICP para determinação das concentrações de Si, Ba e Al. Os resultados revelaram que a solução de armazenamento, a composição das partículas, e o tempo total de imersão têm fortes efeitos na lixiviação dos componentes. As resinas à base de vidro de bário mostraram maior lixiviação de silício quando comparadas com a resina à base de quartzo, tanto em água destilada como saliva artificial. A lixiviação em saliva artificial foi maior do que em água destilada.

31. Mortier, Gerdolle, Dahon e Panighi (2005) avaliaram o comportamento da sorção e da solubilidade de duas resinas compostas, um ormocer, um compômero e um cimento de ionômero de vidro modificado por resina de acordo com as especificações 4049 da ISO, com e sem o ciclo de dessecação inicial. Foram confeccionados discos (15 x 1mm)

de cada material e dessecados até a obtenção de uma massa constante (m_1). Após a imersão dos discos em água destilada por sete dias, os discos foram re-pesados (m_2). Os discos foram novamente dessecados e pesados após 35 dias (m_3). A partir desses valores, a sorção e a solubilidade dos materiais foram determinadas. Os resultados mostraram que, sem a dessecação inicial, todos os materiais absorveram menos água e a solubilidade foi de 1,5 a 8 vezes maior que os grupos que seguiram a padronização.

32. Palin, Fleming, Burke, Marquis e Randall (2005) estudaram as diferenças nas propriedades mecânicas e físicas das modernas resinas compostas com baixa contração de polimerização, comparadas com resinas compostas convencionais à base de metacrilatos. O objetivo deste estudo foi investigar o efeito da sorção e solubilidade em água nas propriedades mecânicas dos compósitos resinosos à base de metacrilatos (Z100 e Filtek Z250), um oxirano experimental (OXI) e silorano (SIL) durante a imersão a curto e médio prazo. Com exceção do SIL, as partículas usadas nos outros materiais foram zircônia e sílica. A sorção, solubilidade e o coeficiente de difusão de cada material ($n=5$) foram medidos usando análise gravimétrica a curto (0,1; 0,5; 1; 4; 24 e 48 h) e a médio prazo (1, 4, 12 e 26 dias) de imersão. A resistência flexural bi-axial e análise da fratura (MEV) para cada material também foram investigadas. Não houve diferença significativa na sorção de água entre os compósitos Z100 e Filtek Z250 em 0,1 e 24 horas de imersão. Um significativo aumento na sorção da resina composta Z100 foi encontrado em relação à Z250, para cada período de armazenamento a partir de 48 horas. A sorção dos compósitos Z100 e Filtek Z250 nos períodos de curto e médio armazenamento foi menor quando comparadas ao OXI. A análise das fraturas mostrou maior degradação da união entre partícula e matriz na resina com oxirano. O silorano exibiu os menores valores de sorção de água, solubilidade e coeficiente de difusão seguindo cada tempo de imersão. Este fato pode indicar uma maior estabilidade hidrolítica das restaurações de resina composta com silorano, pois a resistência flexural bi-axial não diminuiu em imersão em água em médio prazo.

33. Emami e Söderholm (2003) testaram o grau de conversão de duas resinas compostas (Z100 e Filtek Z250) após polimerização com diferentes intensidades de luz (200, 450 e 800mw/cm^2), durante diferentes tempos de exposição (5, 10, 20, 40, 60 e 140 s). Foram confeccionados espécimes com 6 mm de diâmetro e espessuras de 2, 4 e 6 mm. O grau

de conversão foi determinado com espectrômetro de Raman no topo e na base dos espécimes. Previamente à determinação do grau de conversão das resinas compostas, foi realizada a curva de calibração dos picos aromáticos e alifáticos. O grau de conversão máximo da resina Z100 foi menor que 60 %, enquanto que a máxima conversão da Filtek Z250 foi menor que 65%. Os autores consideraram que esta diferença poderia estar relacionada às matrizes utilizadas pelas resinas compostas. Para um mesmo período de exposição, o grau de conversão diminuiu para ambos os materiais conforme a potência foi diminuída. Porém, aumentando o tempo de exposição, houve aumento do grau de conversão para ambos os compósitos. Este estudo concluiu que mesma densidade de energia resulta em graus de conversão similares para uma determinada espessura dos espécimes em resina composta.

34. Mills, Uhl, Blackwell e Jandt (2002) avaliaram a profundidade de polimerização pela dureza Barcol e resistência compressiva da resina composta Spectrum TPH nas cores A2 e A4, polimerizadas por 20 e 40 segundos com dois protótipos de LED de alta intensidade (LED LCU 1 e LED LCU 2), um LED comercial (LuxOMax) e um aparelho comercial de luz halógena (Spectrum LCU model 201 R). A profundidade de polimerização foi avaliada de 0 a 6 mm, com medidas a cada 1 mm. Para a resistência compressiva, foram confeccionados espécimes de 6 x 4 mm. O espectro de luz e a potência dos aparelhos também foram medidos. Os dois protótipos de LED e a luz halógena mostraram um desempenho similar e satisfatório em relação ao teste de dureza em profundidade, enquanto que a dureza obtida com o aparelho LED comercial diminuiu com a profundidade do espécime e com o menor tempo de polimerização (20s). Houve diferenças estatísticas na resistência à compressão com os diferentes aparelhos de polimerização, mas os dois protótipos de LED e a luz halógena não apresentaram diferenças estatísticas significantes entre si. Não houve diferença estatística entre as diferentes cores. O LuxOMax apresentou valores significativamente menores para resistência à tração, quando comparado a outros aparelhos. O espectro dos LEDs ficou entre 457 e 466 nm, enquanto a luz halógena mostrou uma distribuição mais ampla. A potência do LuxOMax foi de 122 mW/cm², enquanto os protótipos de LED apresentaram 561 e 831 mW/cm², e a luz halógena, 532 mW/cm². O LED com potência similar à da luz halógena resultou em dureza semelhante em profundidades de até 3mm.

35. Moon, Lee, Lim e Kim avaliaram o efeito de diferentes fontes de luz e métodos de polimerização na lixiviação dos monômeros residuais (Bis-GMA e UDMA) e dureza superficial de uma resina composta (Filtek Z250) em função da densidade de energia empregada. O HPLC foi utilizado para identificar os monômeros lixiviados após imersão das resinas compostas fotopolimerizadas por 7 dias em solução de água-etanol. Os valores de dureza Vickers foram determinados no topo e base dos espécimes imediatamente após a polimerização e após 7 dias de imersão em etanol. Houve diferença entre fontes de luz e métodos de polimerização quando a densidade de energia foi inferior a 17 J/cm^2 . Porém, estas diferenças desapareceram quando o tempo ou a densidade de energia foram aumentadas.

36. Vandewalle, Roberts, Tiba e Charlton (2005), compararam o máximo de emissão térmica e eficiência de polimerização de um aparelho de fotopolimerização LED de segunda geração (LEDemetron 1, SDS/Kerr) e um aparelho de luz halógena (VIP, BISCO) com intensidade e densidade de energia similares. Adicionalmente, outro aparelho fotopolimerizador LED com ponta diferente e maior intensidade (Allegro, Dent-Mat), assim como um aparelho de luz halógena com intensidade reduzida foram testados para comparação. O aumento de temperatura a partir da ponta dos aparelhos até uma distância de 5mm foi medido com um termômetro. Um termopar tipo-K posicionado no teto da câmara pulpar determinou o aumento de temperatura pulpar em preparos tipos classe I de molares humanos com 2,5 mm de profundidade. O tempo de exposição dos aparelhos foi de 40 segundos e as leituras foram realizadas a cada 5 segundos até 90 segundos. Para o teste de dureza Knoop, foram utilizadas a resina microparticulada Filtek A110 e a resina híbrida Z100 e a polimerização realizada com luz halógena e LED, com distâncias ente 1 e 5 mm. Foram determinadas dureza de topo e base dos espécimes. A potência dos aparelhos foi determinada para cada 1 mm de variação na distância. O espectro de emissão de luz dos aparelhos e o espectro de absorção da canforoquinona também foram determinados, assim como imagens de difusão da luz. O estudo concluiu que os aparelhos fotopolimerizadores LED e halógena utilizados com a mesma densidade de energia produziram mesma emissão térmica e eficiência de polimerização.

37. Leonard, Charlton, Roberts e Cohen (2002) avaliaram a eficiência de polimerização dos aparelhos fotopolimerizadores à base de LED em comparação com um aparelho de

luz halógena. A potência destes aparelhos foi comparada com a luz halógena nos espectros entre 380-520 nm e 450-500 nm. Quatro aparelhos foram testados: um de luz halógena (Optilux 401), uma combinação de LED/halógena (ZAP Dual Curing) e dois LEDs (Luma Cure e Versalux). Foram fabricados discos de 2 x 8 mm das resinas Z100 e Silux Plus para se observar diferenças no grau de conversão entre as resinas. Antes do teste de dureza Knoop, os espécimes foram armazenados por 24 horas em água. O grau de polimerização deveria ser de no mínimo 80% para que o espécime fosse considerado adequadamente polimerizado. A potência dos aparelhos em mW/cm^2 foi verificada a 1 mm de distância da ponta de luz com um medidor de potência a laser. O espectro de emissão de luz foi calculado por meio de um colorímetro/telefotômetro. Os LEDs necessitaram mais tempo do que a lâmpada halógena para polimerizar os espécimes de ambas as resinas na proporção de 80% entre topo e base. O espectro de emissão do LED ficou mais próximo do pico de absorção da canforoquinona, que é mais comumente usada como fotoiniciador. Por outro lado, a potência da lâmpada halógena entre 450 e 500 nm foi quatro vezes maior que a dos LEDs. Portanto, os aparelhos LEDs precisaram de muito mais tempo para polimerizar adequadamente as resinas compostas testadas.

38. Bala, Üçtasli e Tüz (2005a) avaliaram a dureza de superfície de três tipos diferentes de resinas compostas (flow, híbrida e compactável) polimerizadas com aparelho de fotopolimerização à base de LED (Elipar Freelight) ou de luz halógena (Hilux Ultra Plus). Para cada material, 5 discos de 10 x 2 mm foram preparados e polimerizados pelo topo do espécime. O LED apresentou potência de $400 \text{ mW}/\text{cm}^2$ e o aparelho de luz halógena, $600 \text{ mW}/\text{cm}^2$. Os discos foram armazenados em água destilada a 37°C por 24h em ambiente escuro. Medidas de dureza Barcoll foram realizadas e os resultados comparados. Para todos os espécimes, a dureza foi maior quando as resinas foram polimerizadas com LED, tanto no topo quanto na base. Porém, não houve diferença significativa entre topo e base entre LED e luz halógena para todos os espécimes, exceto para à base da resina composta Esthet-X. Para ambas as fontes de luz, Esthet-X e Surefill mostraram os maiores valores de dureza, enquanto a resina flow mostrou menor dureza, tanto para o topo quanto para a base. Adicionalmente, os valores de dureza foram maiores para o topo do que para a base, mas sem diferença estatística. Os autores salientaram que os LEDs tem grande potencial para alcançar a qualidade clínica na polimerização das resinas compostas.

39. Uhl, Sigush e Jandt (2004) investigaram o desempenho de um protótipo de LED com potência alta (901 mW/cm^2) comparado a um aparelho de luz halógena (860 mW/cm^2) avaliando a dureza Knoop e a profundidade de polimerização de resinas compostas. Selecionaram três resinas compostas (Z100, Admira e Revolcin Flow) nas cores A2 e A3,5 ou A4. O tempo de polimerização utilizado foi de 40 segundos. O protótipo de LED alcançou uma profundidade de polimerização significativamente maior que o aparelho de luz halógena. Os resultados de dureza Knoop não mostraram diferenças estatísticas quanto ao tipo de luz para as resinas Z100 e Admira. Porém, para a resina Revolcin Flow, a polimerização com LED mostrou menor dureza, o que foi explicado pelo espectro de absorção do fotoiniciador utilizado. A conclusão foi de que os LEDs de alta potência podem substituir os aparelhos de luz halógena se as resinas forem adequadamente selecionadas.

10.2. Materiais e Método

A metodologia deste estudo foi realizada de acordo com as especificações 4049 da ISO (Internacional Standards Organization, 2000). Uma matriz de aço inoxidável foi utilizada para confeccionar os espécimes em forma de disco, com 15 mm de diâmetro e 1 mm de altura. Os materiais testados, bem como a composição da sua matriz, tipo e quantidade de carga e tamanho médio das partículas estão listados na Tabela 1. Foram confeccionados um total de 192 espécimes, sendo 96 para cada tipo de fonte de luz, e destes, 30 espécimes para cada resina composta na cor A3, que foram subdivididos em grupos de 10 espécimes para cada tempo de armazenamento. Duas amostras de cada grupo foram mantidas no dessecador a vácuo, como controle.

Cada resina composta foi inserida no interior da matriz metálica, em um único incremento, utilizando uma espátula de inserção para resina composta. A matriz metálica foi posicionada sobre uma lâmina de acetato e esta sobre uma placa de vidro, que foram fixadas com um alicate de pressão. Após a inserção do material, uma nova lâmina de acetato, sobreposta por uma lâmina de vidro, foi assentada sobre o espécime. Dois outros alicates exerceram pressão sobre o conjunto durante dois minutos, para extravasamento do excesso de material.

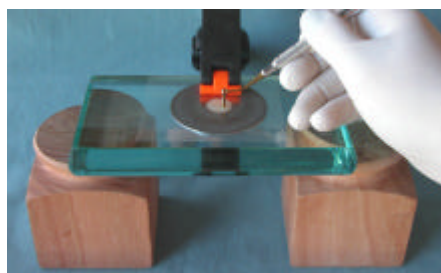


Fig 1- Inserção e acomodação do compósito na matriz metálica



Fig 2: Extravasamento do material devido à pressão

Metade dos espécimes de cada material foi polimerizada utilizando o aparelho fotopolimerizador de luz halógena Optilux VLC 501 (Demetron Research Corp,

Danbury, CT, USA), e a outra metade, com o aparelho fotopolimerizador LEDemetron 1 (Demetron Research Corp, Danbury, CT, USA). Ambos apresentaram potência próxima à $600\text{mW}/\text{cm}^2$. A intensidade da fonte de luz foi monitorada pelos radiômetros contidos nos respectivos aparelhos, sendo realizada uma nova aferição a cada 5 espécimes. A ponta dos aparelhos fotopolimerizadores, ambas com 11 mm de diâmetro, foi mantida sobre a lâmina de vidro, para assegurar uma mesma distância em relação à superfície da resina composta. Os espécimes foram polimerizados por 20 segundos no centro e em quatro pontos equidistantes na periferia, totalizando 100 segundos no topo e 100 segundos na base de cada disco.



Fig 3- Optilux VLC 501™



Fig 4 - LEDemetron 1™



Fig 5 – Fotopolimerização central do espécime de resina composta

Todos os demais procedimentos foram realizados em uma sala com umidade ($50\% \pm 10\%$ de umidade relativa) e temperatura controladas ($23^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$). Os espécimes foram então transferidos para um dessecador a vácuo contendo sílica gel, a

37°C por 22 horas e depois, transferidos para outro dessecador a 23°C ± 2°C por 2 horas.



Fig 6: Dessecador contendo os discos e os discos de resina composta

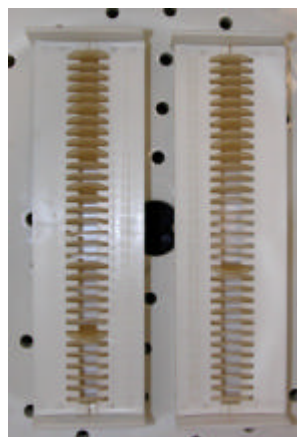


Fig 7: Posicionamento dos espécimes divididos por grupos

A pesagem foi realizada em uma balança analítica modelo (Bel Mark U210A, Bel Engineering, Monza, MI, Itália) com uma precisão de 0,0001 g. Este ciclo foi repetido até a obtenção de uma massa constante, denominada m_1 . Em um estudo piloto, observou-se que foi necessário um período de 60 dias para conseguir estabilização da massa dos espécimes.



Fig 8: Balança analítica

Antes da imersão em água, o volume dos discos foi determinado medindo-se o diâmetro em dois pontos equidistantes com um paquímetro digital com precisão de 0,01mm (CD6 CS, Mitutoyo, Kanagawa, Japão) e a altura com um micrômetro com

precisão de 0,01mm (103-125, Mitutoyo, Kanagawa, Japão) em um ponto central e quatro pontos equidistantes do espécime.



Fig 9: Paquímetro digital



Fig 10: Micrômetro

Os espécimes de cada grupo foram colocados individualmente em tubos de ensaio protegidos com folha de alumínio contendo 12 mL de água deionizada. Os discos foram mantidos em uma posição vertical usando pérolas de vidro e colocados em estufa a 37°C em intervalos de 24 horas, 7 dias e 28 dias.

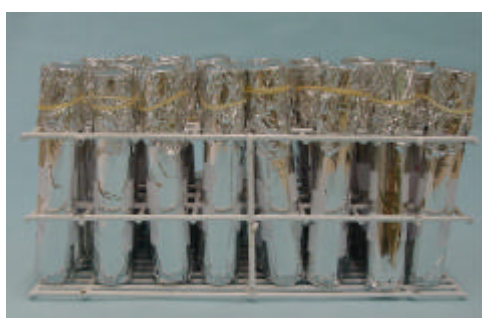


Fig 11: Tubos de ensaio protegidos com folhas de alumínio



Fig 12: Espécime entre pérolas de vidro dentro do tubo de ensaio

Nos grupos analisados em 28 dias, a água foi trocada semanalmente. Após cada período de armazenamento, os discos foram retirados da água, secos com papel absorvente e seguidos de jato de ar livre de impurezas durante 15 segundos. Uma nova pesagem foi realizada para obtenção de m_2 .

Os espécimes foram levados novamente ao dessecador sob vácuo, na presença de sílica gel, a 37°C por 22 horas e transferidos para outro dessecador a 23°C \pm 2°C por

2 horas para acondicionamento das amostras, até obtenção de uma massa constante, denominada m_3 .

As propriedades de sorção de água (W_{sp}) e solubilidade em água (W_{sl}) foram calculadas de acordo com a fórmula proposta pela ISO 4049.

Cálculo dos valores de sorção de água em $\mu\text{g}/\text{mm}^3$:

$$W_{sp} = \frac{m_2 - m_3}{V}$$

Cálculo dos valores de solubilidade em $\pm \mu\text{g}/\text{mm}^3$:

$$W_{sl} = \frac{m_1 - m_3}{V}$$

- m_1 = massa do espécime antes da imersão em água;
- m_2 = massa do espécime após a imersão em água;
- m_3 = massa do espécime após imersão e dessecação;
- V = volume do espécime em mm^3 .

De posse dos dados obtidos, foram analisados os pressupostos de normalidade por meio do teste de Kolmogorov- Smirnov e de homogeneidade de variâncias pelo teste de Levene. Desta forma, foi possível utilizar o teste ANOVA a três critérios de classificação – modelo fatorial completo e o teste de Tukey HSD para detectar diferenças entre os valores médios de sorção e solubilidade. ($p < 0,01$).

10.3. Análises Estatísticas

Tabela de ANOVA a três critérios de classificação – para a variável sorção ($p < 0,01$):

Fatores	Soma dos quadrados	gl	Quadrado médio	F	Valor p
Resina composta	1529,242016	2	764,6210081	4437,1924	0,00000
Fonte de luz	1,056222844	1	1,056222844	6,1293947	0,01433
Período	5292,585009	2	2646,292504	15356,77	0,00000
Resina x fonte de luz	5,884060378	2	2,942030189	17,072973	0,00000
Resina x período	559,8053047	4	139,9513262	812,15524	0,00000
Fonte de luz x período	0,187912501	2	0,093956251	0,54524	0,58077
Resina x luz x período	0,632615819	4	0,158153955	0,9177874	0,45509
Erro	27,74366583	161	0,172320906		
Total	7417,136807	178			

Tabelas do Teste de Tukey HSD para o efeito sorção ($p < 0,01$):

Média e desvio-padrão de sorção para o fator fonte de luz:

Fonte de luz	n	Sorção
Halógena	90	15,92 (6,48) ^a
LED	89	16,06 (6,45) ^a

* grupos com letras iguais não apresentam diferenças estatisticamente significantes ($p > 0,01$)

Média e desvio-padrão de sorção para o fator resina composta:

Resina	n	Sorção
Herculite	60	13,05 (3,91) ^a
Tetric	59	14,90 (4,73) ^b
Z250	60	19,97 (7,89) ^c

* grupos com letras diferentes apresentam diferenças estatisticamente significantes ($p < 0,01$)

Média e desvio-padrão de sorção para o fator período de armazenamento:

Período	n	Sorção
24 horas	60	8,48 (0,82) ^a
07 dias	59	18,45 (3,21) ^b
28 dias	60	21,08 (5,01) ^c

* grupos com letras diferentes apresentam diferenças estatisticamente significantes (p<0,01)

Média e desvio-padrão de sorção para os fatores resina composta x fonte de luz:

Resina	Fonte de luz	n	Sorção
Herculite	Halógena	30	13,01 (3,96) ^a
	LED	30	13,09 (3,93) ^a
Tetric	Halógena	30	14,66 (4,66) ^a
	LED	29	15,20 (4,88) ^{a,b}
Z250	Halógena	30	20,10 (7,96) ^b
	LED	30	19,84 (7,96) ^b

* grupos com letras diferentes apresentam diferenças estatisticamente significantes (p<0,01)

Média e desvio-padrão de sorção para os fatores fonte de luz x período de armazenamento:

Fonte de luz	Período	n	Sorção
Halógena	24 horas	30	8,42 (0,86) ^a
	7 dias	30	18,39 (3,34) ^{b,c}
	28 dias	30	20,96 (5,15) ^{b,c}
LED	24 horas	30	8,54 (0,79) ^a
	7 dias	29	18,51 (3,13) ^{b,c}
	28 dias	30	21,20 (4,96) ^c

* grupos com letras diferentes apresentam diferenças estatisticamente significantes (p<0,01)

Média e desvio-padrão de sorção para os fatores resina composta x período de armazenamento:

Resina	Período	n	Sorção
Herculite	24 horas	20	7,64 (0,40) ^a
	7 dias	20	15,08 (0,33) ^d
	28 dias	20	16,44 (0,34) ^e
Tetric	24 horas	20	8,45 (0,43) ^b
	7 dias	19	17,60 (0,53) ^f
	28 dias	20	18,86 (0,68) ^g
Z250	24 horas	20	9,35 (0,47) ^c
	7 dias	20	22,61 (0,47) ^h
	28 dias	20	27,95 (0,29) ⁱ

* grupos com letras diferentes apresentam diferenças estatisticamente significantes (p<0,01)

Média e desvio-padrão de sorção para os fatores resina composta x fonte de luz x período de armazenamento:

Resina	Fonte de luz	Período	n	Sorção
Herculite	Halógena	24 h	10	7,58 (0,38) ^a
		7 dias	10	15,00 (0,20) ^e
		28 dias	10	16,45 (0,34) ^f
	LED	24 h	10	7,70 (0,43) ^a
		7 dias	10	15,15 (0,43) ^e
		28 dias	10	16,43 (0,36) ^f
Tetric	Halógena	24 h	10	8,23 (0,26) ^{a,b}
		7 dias	10	17,35 (0,43) ^g
		28 dias	10	18,41 (0,28) ^h
	LED	24 h	10	8,68 (0,45) ^{b,c}
		7 dias	9	17,88 (0,51) ^{g,h}
		28 dias	10	19,32 (0,67) ⁱ
Z250	Halógena	24 h	10	9,46 (0,41) ^d
		7 dias	10	22,80 (0,49) ^j
		28 dias	10	28,03 (0,22) ^k
	LED	24 h	10	9,24 (0,53) ^{c,d}
		7 dias	10	22,42 (0,39) ^j
		28 dias	10	27,87 (0,34) ^k

* grupos com letras diferentes apresentam diferenças estatisticamente significantes (p<0,01)

Tabela de ANOVA a três critérios de classificação – para a variável solubilidade ($p < 0,01$):

Fatores	Soma dos quadrados	gl	Quadrado médio	F	Valor p
Resina composta	1,724489418	2	0,862244709	7,9811626	0,00050
Fonte de luz	0,254282958	1	0,254282958	2,3537096	0,12695
Período	2,683441412	2	1,341720706	12,419318	0,00001
Resina x fonte de luz	0,669793108	2	0,334896554	3,0998901	0,04775
Resina x período	3,847415759	4	0,96185394	8,9031717	0,00000
Fonte de luz x período	0,073140426	2	0,036570213	0,3385035	0,71334
Resina x luz x período	0,231175709	4	0,057793927	0,5349557	0,71023
Erro	17,39363102	161	0,108034975		
Total	26,87736981	178			

Tabelas do Teste de Tukey HSD para o efeito solubilidade ($p < 0,01$):

Média e desvio-padrão de solubilidade para o fator fonte de luz:

Fonte de luz	n	Solubilidade
Halógena	90	0,33 (0,36) ^a
LED	89	0,26 (0,41) ^a

* grupos com letras iguais não apresentam diferenças estatisticamente significantes ($p > 0,01$)

Média e desvio-padrão de solubilidade para o fator resina composta:

Resina	n	Solubilidade
Herculite	60	0,17 (0,25) ^a
Tetric	59	0,40 (0,40) ^b
Z250	60	0,32 (0,44) ^{a,b}

* grupos com letras diferentes apresentam diferenças estatisticamente significantes ($p < 0,01$)

Média e desvio-padrão de solubilidade para o fator período de armazenamento:

Período	n	Solubilidade
24 horas	60	0,46 (0,32) ^a
7 dias	59	0,27 (0,39) ^b
28 dias	60	0,16 (0,39) ^b

* grupos com letras diferentes apresentam diferenças estatisticamente significantes ($p < 0,01$)

Média e desvio-padrão de sorção para os fatores resina composta x fonte de luz

Resina	Fonte de luz	n	Solubilidade
Herculite	Halógena	30	0,12 (0,24) ^a
	LED	30	0,22 (0,26) ^{a,b}
Tetric	Halógena	30	0,48 (0,28) ^{a,b}
	LED	29	0,32 (0,48) ^{a,b}
Z250	Halógena	30	0,40 (0,43) ^{a,b}
	LED	30	0,24 (0,45) ^b

* grupos com letras diferentes apresentam diferenças estatisticamente significantes ($p < 0,01$)

Média e desvio-padrão de solubilidade para os fatores resina composta x período de armazenamento:

Resinas	Período	n	Solubilidade
Herculite	24 horas	20	0,20 (0,20) ^{a,b,c}
	7 dias	20	0,10 (0,28) ^{a,b}
	28 dias	20	0,19 (0,27) ^{a,b,c}
Tetric	24 horas	20	0,45 (0,22) ^{b,c,d}
	7 dias	19	0,40 (0,40) ^{b,c,d}
	28 dias	20	0,36 (0,51) ^{b,c,d}
Z250	24 horas	20	0,72 (0,29) ^d
	7 dias	20	0,32 (0,40) ^{b,c}
	28 dias	20	-0,07 (0,21) ^a

* grupos com letras diferentes apresentam diferenças estatisticamente significantes (p<0,01)

Média e desvio-padrão de solubilidade para os fatores fonte de luz x período de armazenamento:

Resina	Período	n	Solubilidade
Herculite	24 horas	20	0,20 (0,20) ^{a,b,c}
	7 dias	20	0,10 (0,28) ^{a,b}
	28 dias	20	0,19 (0,27) ^{a,b,c}
Tetric	24 horas	20	0,45 (0,22) ^{b,c,d}
	7 dias	19	0,40 (0,40) ^{b,c,d}
	28 dias	20	0,36 (0,51) ^{b,c,d}
Z250	24 horas	20	0,72 (0,29) ^d
	7 dias	20	0,32 (0,40) ^{b,c}
	28 dias	20	-0,07 (0,21) ^a

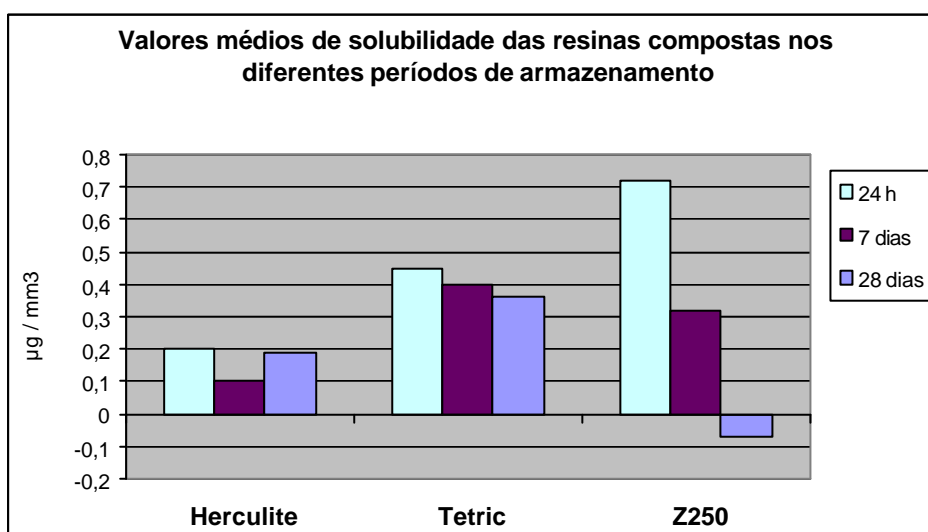
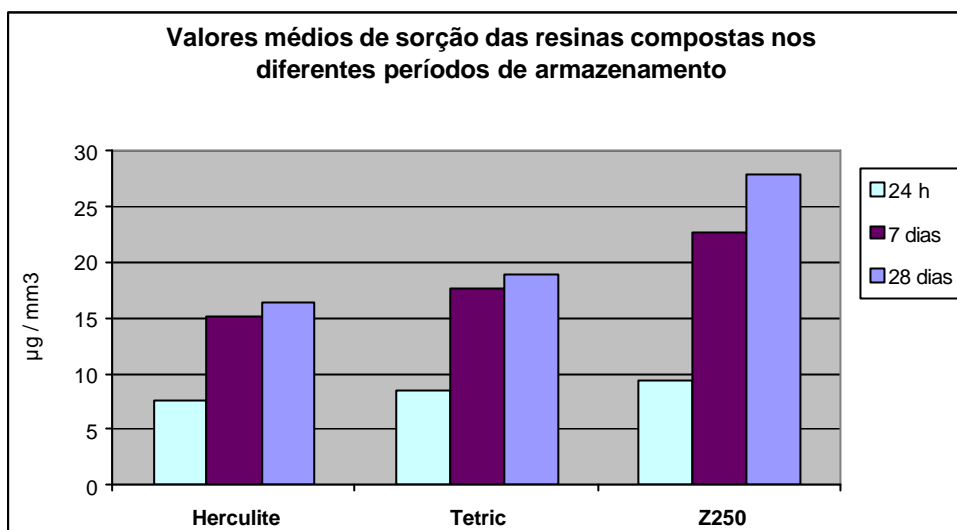
*grupos com letras diferentes apresentam diferenças estatisticamente significantes (p<0,01)

Média e desvio-padrão de solubilidade para os fatores resina x fonte de luz x período de armazenamento:

Resina	Fonte de luz	Período	n	Solubilidade
Herculite	Halógena	24 horas	10	0,15 (0,18) ^{a,b,c}
		7 dias	10	0,07 (0,32) ^{a,b}
		28 dias	10	0,13 (0,22) ^{a,b}
	LED	24 horas	10	0,26 (0,22) ^{a,b,c,d}
		7 dias	10	0,13 (0,25) ^{a,b,c}
		28 dias	10	0,26 (0,31) ^{a,b,c,d}
Tetric	Halógena	24 horas	10	0,50 (0,21) ^{b,c,d}
		7 dias	10	0,43 (0,34) ^{b,c,d}
		28 dias	10	0,53 (0,28) ^{b,c,d}
	LED	24 horas	10	0,40 (0,24) ^{b,c,d}
		7 dias	9	0,38 (0,52) ^{b,c,d}
		28 dias	10	0,20 (0,64) ^{a,b,c}
Z250	Halógena	24 horas	10	0,76 (0,23) ^{c,d}
		7 dias	10	0,44 (0,41) ^{b,c,d}
		28 dias	10	0,01 (0,25) ^{a,b}
	LED	24 horas	10	0,68 (0,35) ^{b,c,d}
		7 dias	10	0,20 (0,38) ^{a,b,c}
		28 dias	10	-0,15 (0,13) ^a

* grupos com letras diferentes apresentam diferenças estatisticamente significantes (p<0,01)

Gráficos:



11. Normas da Revista

Guide for Authors

Guide for Authors

Authors are requested to submit their original manuscript and figures via the online submission and editorial system for Dental Materials. Using this online system, authors may submit manuscripts and track their progress through the system to publication. Reviewers can download manuscripts and submit their opinions to the editor. Editors can manage the whole submission/review/revise/publish process. Please register at: <http://ees.elsevier.com/dema>.

As from the 1st of June 2005, Dental Materials will only accept online submissions. Paper submissions sent in after this date will be destroyed, and authors asked to re-submit online.

Manuscripts

The journal is principally for publication of *Original Research Reports*, which should preferably investigate a defined hypothesis. Maximum length 6 journal pages (approximately 20 double-spaced typescript pages) including illustrations and tables.

Systematic Reviews will however be considered. Intending authors should communicate with the Editor beforehand, *by email*, outlining the proposed scope of the review. Maximum length 10 journal pages (approximately 33 double-spaced typescript pages) including figures and tables.

Three copies of the manuscript should be submitted: each accompanied by a set of illustrations. The requirements for submission are in accordance with the "Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical Journals", *Annals of Internal Medicine*, 1977,126, 36-47. All manuscripts must be written in American English. Authors are urged to write as concisely as possible.

The Editor and Publisher reserve the right to make minimal literary corrections for the sake of clarity. Authors for whom English is not the first language should have their manuscripts read by colleagues fluent in English. If extensive English corrections are needed, authors may be charged for the cost of editing. For additional reference, consult issues of *Dental Materials* published after January 1999 or the Council of Biology Editors Style Manual (1995 ed.).

All manuscripts should be accompanied by a *letter of transmittal*, signed by each author, and stating that the manuscript is not concurrently under consideration for publication in another journal, that all of the named authors were involved in the work leading to the publication of the paper, and that all the named authors have read the paper before it is submitted for publication.

Always keep a backup copy of the electronic file for reference and safety.

Manuscripts not conforming to the journal style will be returned. In addition, manuscripts which are not written in fluent English will be rejected automatically without refereeing.

Format

General

- number all pages consecutively.
- type double-spaced on A4 or 8.5 x 11-inch bond paper, with margins of 30 mm.
- double-space references.
- indent or space paragraphs.
- arrange article in the following order: Title, Abstract, Introduction, Materials and Methods, Results, Discussion, Conclusion, Acknowledgements, References, Tables, Figures, Captions.
- start each section on a separate page.

Title page

- Title (capitalize the first letter of the first word) e.g. Comparison of the color stability of ten new composites.
- Authors (first name, middle initial, surname) e.g. Kenneth J. Anusavice 1, Victoria Marker 2
- Authors' addresses (abbreviated) e.g.
1 Department of Biomaterials, University of Florida, Gainesville, Florida, USA
2 Department of Biomaterials Science, Baylor College of Dentistry, Dallas, Texas, USA
- Short Title (45 characters) e.g Color stability of composites
- **Corresponding Author details (essential): Name, complete address, phone, fax, and E-mail numbers**

Abstract (structured format)

- 250 words or less.
- subheadings should appear in the text of the abstract as follows: Objectives, Methods, Results, Significance. (For Systematic Reviews: Objectives, Data, Sources, Study selection, Conclusions). The Results section may incorporate small tabulations of data, normally 3 rows maximum.

Keywords

Up to 10 keywords should be supplied e.g. dental material, composite resin, adhesion.

Introduction

This must be presented in a structured format, covering the following subjects, although actual subheadings should not be included:

- succinct statements of the issue in question;
- the essence of existing knowledge and understanding pertinent to the issue (reference);
- the aims and objectives of the research being reported relating the research to dentistry, where not obvious.

Materials and methods

- describe the procedures and analytical techniques.

- only cite references to published methods.
- include at least general composition details and batch numbers for all materials.
- identify names and sources of all commercial products e.g.
"The composite (Silar, 3M Co., St. Paul, MN, USA)..."
"... an Au-Pd alloy (Estheticor Opal, Cendres et Metaux, Switzerland)."
- specify statistical significance test methods.

Results

- refer to appropriate tables and figures.
- refrain from subjective comments.
- make no reference to previous literature.
- report statistical findings.

Discussion

- explain and interpret data.
- state implications of the results, relate to composition.
- indicate limitations of findings.
- relate to other relevant research.
- suggest directions for future research.

Conclusion (if included)

- must NOT repeat Results or Discussion
- must concisely state inference, significance, or consequences

Acknowledgements

As appropriate, e.g.:

"Based on a thesis submitted to the graduate faculty, University of Virginia, in partial fulfilment of the requirements for the M.S. degree."

"This investigation was supported in part by Research Grant DE 00000 from the National Institute of Dental Research, Bethesda, MD 20892."

References - must now be given **according to the following numeric system:**

Cite references in text in numerical order. Use square brackets: in-line, not superscript e.g. [23]. All references must be listed at the end of the paper, double-spaced, without indents. For example:

1. Moulin P, Picard B and Degrange M. Water resistance of resin-bonded joints with time related to alloy surface treatments. *J Dent*, 1999; 27:79-87.
2. Taylor DF, Bayne SC, Sturdevant JR and Wilder AD. Comparison of direct and indirect methods for analyzing wear of posterior composite restorations. *Dent Mater*, 1989; 5:157-160.

Avoid referencing abstracts if possible. If unavoidable, reference as follows:

3. Demarest VA and Greener EH . Storage moduli and interaction parameters of experimental dental composites. *J Dent Res*, 1996; 67:221, Abstr. No. 868.

Tables and figures

All tables and figures must be thoroughly discussed in the text of the manuscript.

Tables

- one table to a page, each with a title.
- number tables in order of mention using Arabic numerals.
- must be able to "stand alone" apart from text.
- when appropriate, standard deviations of values should be indicated in parentheses; (do NOT use \pm notation).
- results of statistical analysis must be included, use superscript letters to indicate significant differences.
- for explanatory footnotes, use symbols (*, #, **, ##).

Figures

- Do not import the figures into the text file but, instead, indicate their approximate locations directly in the electronic text. Images to be supplied separately in jpg, gif or other graphics file (see also the Author Gateway's Quickguide: <http://authors.elsevier.com>).
- only black and white photographs for print publication.
- omit titles and other information contained in the figure caption.
- maximum of 6 figures per manuscript.
- figures grouped together should have similar dimensions and be labelled "a, b, c", etc.
- place magnification markers directly on the micrographs.
- authors should consider that the majority of figures will be reduced to the width of a single column (approximately 85 mm). Preferably figures should exactly match, or be no more than 1.5 times that width.
- authors can indicate if they feel a figure should be full page width.

Dental Materials has been selected for inclusion in a new 'colourful e-products' workflow. Figures that appear in black and white in the printed version of the journal can be IN COLOUR, online, in ScienceDirect. Authors wishing to make use of this facility should ensure that 1. the artwork is in an acceptable format (TIFF, EPS or MS Office files) and at the correct resolution 2. RGB colourspace is used and 3. for colour online and black and white in print, both colour and black and white artwork (file and/or hardcopy) is provided. **There will be no charges to the authors for colour figures online.**

Graphs

- unique, concise axis labels; do not repeat the Figure caption.
- uniform size for graphs of similar type.
- type size that will be easily read when the graph is reduced to one column width.
- lines that are thick and solid (100% black).

Captions to tables and figures

- list together on a separate page.
- should be complete and understandable apart from the text.
- include key for symbols or abbreviations used in Figures.

- individual teeth should be identified using the FDI two-digit system.

General Notes on Text

Abbreviations and acronyms: terms and names to be referred to in the form of abbreviations or acronyms must be given in full when first mentioned.

Correct Usage

- use S.I. units (International System of Units). If non-SI units must be quoted, the SI equivalent must immediately follow in parentheses.
- use correct symbols for μ , L (as in μm , mL, etc.)
- put leading zeros in all numbers less than 1.0
- write out number of ten or fewer (ten rats) except when indicating inanimate quantities (10 mL)
- always use digits for dates, dimensions, degrees, doses, time, percentages, ratios, statistical results, measurements, culture cells, and teeth.
- the complete names of individual teeth must be given in the text.

General Policy

- receipt of manuscripts will be acknowledged.
- after initial review, authors will be notified of status.
- every effort is made to obtain timely reviews; please remember that the referees and the editor are volunteers.
- a list of revisions and responses to reviewers' critiques must accompany resubmitted revised manuscripts.

On acceptance, authors will be required to sign a *transfer of copyright agreement*. If figures, tables, or other excerpts, are included from copyrighted works the author is responsible for obtaining written permission from the copyright holder prior to submitting the final version of the paper. Full credit must be given to such sources.

Offprints and page charges: no page charges are levied on articles published in *Dental Materials*. Each corresponding author receives 25 offprints of their article free of charge after it has been published; they will also have the opportunity to order additional copies.

Submission Package Checklist:

- *letter of transmittal* signed by all authors.
 - One electronic copy of the manuscript.
 - One electronic copy of each image and table, all labelled.
- For further guidance on electronic submission, please contact Author Services, Log-In Department, Elsevier Ltd, The Boulevard, Langford Lane, Kidlington, Oxford, OX5 1GB, UK. E-mail: authors@elsevier.co.uk, fax: +44 (0)1865 843905, tel: +44 (0)1865 843900.

10. Artigo em Inglês

Summary:

1. Title	61
2. Abstract	62
3. Introduction	63
4. Materials and Methods	65
5. Results	68
6. Discussion	69
7. Conclusion	74
8. References	75
9. Tables	80

1. Title

Sorption and solubility of composites cured with QTH and LED.

Lucí Regina P. Archegas¹, Evelise M. Souza¹, Danilo B. M. Caldas¹, Rodrigo N. Rached¹, Sérgio Vieira ¹

1- School of Dentistry, Graduation Program, Pontifical Catholic University of Parana, Curitiba, Parana, Brazil.

Lucí Regina Panka Archegas

R. Barao de Guarauna, 503

Juveve – Curitiba – Parana – Brazil

ZIP 80-030-310

Business telephone number: 55 41 3271- 2511

Fax number: 55 41 3271-1405

Email: luciararchegas@uol.com.br

2. Abstract

Objective: Although dental polymers are considered insoluble structures they can absorb and release components when immersed in an aqueous environment. The aim of this study was to evaluate the water sorption and solubility of three hybrid composites cured by halogen (QTH) and light emitting diode (LED).

Methods: According to ISO 4049, 32 discs of each composite (Herculite XRV, Tetric Ceram, Filtek Z250) were polymerized with a QTH (Optilux VLC 501™) and LED (LEDemetron I™) light curing units and divided into groups for each time of storage. The specimens were storage in a desiccator at a 37°C and weight to a constant mass (m_1). The discs were immersed in deionized water for 24h, 7 days and 28 days and re-weighted (m_2). The reconditioning of the specimens was carried out until a constant mass was obtained (m_3). The sorption and solubility of the materials were calculated and subjected to ANOVA and Tukey HSD tests ($p < 0.01$).

Results: There were not found statistically significant differences between the light sources. The water sorption was increased with storage time for all the composites. The lowest sorption was attributed to Herculite XRV, followed by Tetric Ceram and Filtek Z250, with significant differences among them. Different periods of storage did not affect the solubility of Herculite XRV and Tetric Ceram, while Filtek Z250 showed reduction with prolonged storage time.

Significance: The light polymerization using QTH and LED, with the same intensity and time of exposure did not affect water sorption and solubility of the tested composites.

Key words: composite resin, water sorption, solubility, polymerization, halogen, LED.

3. Introduction

The interaction of dental composites with the aqueous oral environment can result in a decrease of their mechanical properties [1-4]. Two different mechanisms occur when a composite is immersed in water: water sorption, which leads to swelling and mass increase, and elution of components like filler particles or unreacted monomers, which leads to a mass reduction [5,6]. Water sorption is a diffusion controlled process that takes place largely in the resin matrix [7-9]. However, water may additionally debond filler particles from the matrix or even cause hydrolytic degradation of filler particles [10]. The phenomena of sorption and solubility may act as precursors to a variety of chemical and physical processes that can lead to deleterious effects on the structure of the polymeric network, which can compromise the clinical performance of the material [11].

Some authors emphasized that water sorption could have favorable clinical consequences, since the resulted expansion could improve the marginal sealing of composite restorations [12-14] and also contribute to the relaxation of the tension generated by the polymerization shrinkage [15,16]. However, Yap et al [17] demonstrated that hygroscopic expansion and polymerization shrinkage cannot happen simultaneously in a composite restoration, since the shrinkage is extremely quick and relaxation of stresses occurs at a much slower rate, even taking days to complete.

The incomplete polymerization and reduced conversion of monomers can result in increased solubility of the composite material [5,18]. Some studies have demonstrated that unreacted monomers are the main components leached from dental composites, and that most of these monomers are released within the first days [18,19]. The diluent monomer triethyleneglycol dimethacrylate (TEGDMA) has been identified as the main leaching component of dental composites. However, fewer amounts of other

monomers, such as bisphenol A glycol dimethacrylate (Bis-GMA) and urethane dimethacrylate (UDMA), can also be released into the water [19]. The leaching of components in composites can affect the initial dimensional change [8,11], the clinical performance [5,11], the aesthetic aspect of the restorations [20] and the biocompatibility of the material [18,21].

Sorption and solubility of dental composites can be affected by many factors, like variations in the composition of resin matrix, size and distribution of filler particles, as well as the type of polymerization [22]. However, there are no studies in the literature about the effect of polymerization using light emitting diodes on the sorption and solubility of composite resins.

Therefore, the aim of this study was to evaluate water sorption and solubility of three hybrid composites polymerized with quartz-tungsten halogen (QTH) and light emitting diode (LED) curing units, after different periods of storage in water. The hypothesis tested was that composites polymerized with both curing units with same intensity and exposure time would exhibit the same water sorption and solubility during three periods of storage in water.

4. Materials and Methods

The methodology used in this study was based upon ISO 4049 specifications (International Standards Organization, 2000) [23]. A stainless steel mold was used to build composite discs, 15 ± 0.1 mm diameter and 1 ± 0.1 mm thick. The three commercial, light-curing resin composites used in the study, as well as their resin matrix composition, type, content and mean size of fillers (technical profiles) are shown in Table 1. A total of 192 specimens were made, with 96 for each type of light source, 30 for each composite resin (A3 shade color) and 10 for each time of storage in water. Two specimens of each group were maintained in a desiccator as controls.

The composite material was inserted into the metal mold in one single increment. The material was covered on both sides with acetate strips. A glass slide was placed over the acetate strip and pressure was applied for 2 minutes in order to extrude excess material.

Half of the specimens were irradiated with a QTH light curing unit (Optilux VLC 501, Demetron Research Corp, Danbury, CT, USA) and the other half with a LED light curing unit (LEDemetron I, Demetron Research Corp, Danbury, CT, USA). The mean output intensity of both light sources was $600\text{mW}/\text{cm}^2$, as assessed by the radiometer attached to each light curing unit. The light intensity was monitored every five specimens. The discs were irradiated with an 11mm diameter tip positioned on one central and four peripheral points for 20 seconds each, leading to a 100 seconds exposure time for both top and bottom surfaces of each specimen.

The procedures were carried out in a room with controlled temperature ($23^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$) and relative humidity ($50\% \pm 10\%$). After removal from the molds, the specimens were transferred to a desiccator containing silica gel maintained at 37°C for 22 hours and then transferred to another desiccator at $23^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ for 2 hours. The specimens

were weighted to a precision of 0.0001g using an analytical balance (Bel Mark U210A, Bel Engineering, Monza, MI, Italy). This cycle was repeated until a constant mass was achieved, m_1 . In a pilot study, it was observed that a period of 60 days was necessary to obtain a constant mass of the composites.

Before water immersion, the volume of the specimens was calculated by measuring their diameter at two opposed spaced points on the circumference of the discs with a digital caliper (CD6CS, Mitutoyo, Kanagawa, Japan) and their thickness at the center and at four equally spaced points with a micrometer (103-125, Mitutoyo, Kanagawa, Japan).

The specimens were placed in glass tubes with glass pearls to keep them in a vertical position. The tubes were filled with 12mL of deionized water, covered with an aluminum foil and stored in an oven at 37°C for 24 hours, 7 and 28 days. The deionized water was changed weekly for the 28-day period. After each time of storage, the specimens were removed from water, blot dried with an absorbent paper and waved in air for 15 seconds. The specimens were then re-weighted to obtain m_2 . After this weighting, the specimens were taken to the desiccator at 37°C for 22 hours and transferred to another desiccator at 23°C ± 2°C for 2 hours for reconditioning, until a constant mass was achieved. This mass was recorded as m_3 .

The values for water sorption (W_{sp}) and solubility (W_{sl}) in $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ were calculated according to the following formula proposed by ISO 4049 [23]:

$$W_{sp} = \frac{m_2 - m_3}{V}$$

$$W_{sl} = \frac{m_1 - m_3}{V}$$

Where:

m_1 is the mass of the specimen, in μg , before immersion in water,

m_2 is the mass of specimen, in μg , after immersion in water,

m_3 is the mass of specimen, in μg , after immersion and desiccation,

V is the volume of the specimen in mm^3 .

The normality and homogeneity of variances of data were carried out by Kolmogorov-Smirnov and Levene tests. A three-way ANOVA model for factorial design and Tukey HSD tests were performed to identify differences between the mean values of sorption and solubility according to the factors: composite, light source and storage time ($p < 0.01$).

5. Results

Comparing the mean values of sorption and solubility, ANOVA detected statistically significant differences ($p < 0.01$) between composites and storage times. There were found interactions between composite x light source and composite x storage time for the sorption variable. There were found interactions between composite x storage time for the solubility variable. Table 2 shows that there were not found statistically significant differences between light sources, for sorption and solubility effects. Therefore, the sorption and solubility mean values are shown in Table 3, considering only composite and storage time as sources of variation in this study.

Herculite XRV exhibited the lowest water sorption values, followed by Tetric Ceram and Filtek Z250, with statistically significant differences among all of them ($p < 0.01$). All the tested materials presented an increase in water sorption as a result of the increase of water storage times, with statistically significant differences among them. The composite Filtek Z250 demonstrated higher water sorption after 28 days of storage in water ($p < 0.01$).

There were not found statistically significant differences in the solubility of Herculite XRV and Tetric Ceram in the different storage times. However, Filtek Z250 showed a significant reduced solubility with the increase of storage time in water. The solubility of Herculite XRV was significantly lower than Filtek Z250 in the 24-hour storage time. After 28 days of storage in water, Filtek Z250 showed significantly lower solubility than Tetric Ceram ($p < 0.01$).

6. Discussion

Resin composites indicated as restorative materials must comply with ISO 4049 [23] for a maximum value of $40\mu\text{g}/\text{mm}^3$, for water sorption and $7.5\mu\text{g}/\text{mm}^3$ for water solubility within a 7-day period of water storage. The water sorption and solubility values obtained in this study are remarkably lower than ISO guidelines, even for a 28-day storage time. Moreover, the fact that water sorption increased from 24h to 28 days suggests that a 7-day period of storage may be insufficient to evaluate the real values of water sorption in composite resins [14,19,24,25].

Differences detected for water sorption and solubility results are probably related to the composition of the tested composites. The composites used in this study have a great similarity in the filler particle content by volume (approximately 60%). However, there are some differences regarding the type of filler particles and the monomers used in the resin matrix. Several composites available in the market are composed by a combination of bisphenol A glycol dimethacrylate (Bis-GMA), urethane dimethacrylate (UDMA), triethyleneglycol dimethacrylate (TEGDMA) and, more recently, the bisphenol A polyethyleneglycol diether dimethacrylate (Bis-EMA). The Bis-EMA has been used in the newest composites due to its less hydrophilic characteristics, with a molecular structure resembling Bis-GMA, but lacking two hydroxyl groups [26].

Based on the features of the resin monomers [26], it would be expected more favorable water sorption results for Filtek Z250, which was not observed in the present study. Therefore, it was suggested that the composition of the matrix alone has not to be taken into consideration, but the relative proportion of each monomer in the matrix. Additionally, the inorganic components of composites can contribute to the different degree of water uptake. Although there is not a considerable water sorption in the filler

particles [9], there may be an accommodation of water in the matrix/filler interface, which could cause deleterious effects on this bonding with time [10]. Differences observed in water uptake can be attributed to the nature of filler particles and the effectiveness of silanization [9,27,28]. Herculite XRV and Tetric Ceram composites have basically glass fillers in their composition and Filtek Z250 composite has silica-zirconia filler particles, which can be responsible for a critical silanization [27]. This fact could explain the higher sorption of Filtek Z250 when compared to the other composites used in the present study. The 28-day storage time for this composite caused a considerable increase in water sorption compared to the other composites. The behavior of Filtek Z250 was the main factor for the detection of interactions between composites x light sources and composites x storage times.

The results obtained by Herculite XRV might be related to a higher cross-link density [11,26] and degree of conversion due to the presence of Bis-GMA/TEGDMA copolymer [29]. This combination results in a synergistic effect on the polymerization rate and a better compatibility between the monomers [29].

The solubility of dental composites reflects the amount of unreacted monomers leached to the water [11,18,28], besides other low weight molecules, like filler particle compounds [10,20,30] and photo-initiators [18,21].

In the methodology used in this study and that proposed by ISO [23], the initial and final dehydration of specimens are crucial in affecting directly the solubility of composites. If the material is not completely dehydrated in the beginning of the process, the solubility values can reflect only the final desiccation of the specimen. A recent study evaluated the solubility of different materials with and without initial dehydration and found values up to 8-times higher than those detected for specimens not previously desiccated [31]. Despite the ISO standard [23] suggestion of 2 to 3 weeks to obtain a

constant mass, a period of 60 days was required in this study, as suggested by the pilot-study. This period of time was the same used by Sarret, Söderholm and Batich (1991) [4] for the complete dehydration of the specimens before water immersion.

The tested composites demonstrated higher solubility values in the 24-hour storage time, which showed that the majority of resin components were leached in the beginning of water storage [18]. However, this result differed from other studies in which solubility increased with time [19,32]. In the 24-hour storage, the higher solubility of Filtek Z250 compared to that of Herculite XRV, can be attributed to the differences in their resin matrix composition. Sideridou et al. [26] reported higher solubility of the copolymer Bis-GMA/TEGDMA when compared to UDMA and Bis-EMA copolymers. Additionally, the same authors found a higher degree of conversion with Bis-GMA and TEGDMA resin matrixes [29]. This statement is in accordance to other studies [5,11,18,21], that found correlation between a reduced degree of conversion to a higher amount of leached components.

Besides the resin matrix components, the inorganic components can also influence the solubility of composites. Söderholm et al [30] found higher leaching of barium in composites based on UDMA resin immersed in distilled water, when compared to composites based on Bis-GMA resin. The barium glass filler particles in the Tetric Ceram composite could cause higher leaching of other inorganic components, mainly silicon [20,30].

The presence of silica/zirconia filler particles in the composite Filtek Z250 might be the cause of its higher solubility during the first 24 hours in water. Ferracane [18] reported a significantly higher solubility of the composite Z100 in a 48-hour period of immersion in water, when compared to other composites, as Herculite XRV. The composite Z100 is the precursor of Filtek Z250 and has the same type of silica/zirconia

filler particles. Filtek Z250 showed a significant decrease in solubility, reaching negative rates in the 28-day period. As previously discussed, the silica-zirconia filler might be not adequately covered by the silane, leading to water sorption and an entrapment of water inside the composite [27]. Other studies also showed negative values of solubility of composite restorative materials after long periods of water storage [16,19].

The performance of dental composites is directly related to the efficiency of their polymerization [33]. In this study, the polymerization was carried out with two different light curing units, one based on quartz-tungsten halogen light (QTH) and the other, based on light emitting diode (LED), both used with the same intensity and time of exposure. Several studies have been demonstrated that the use of the same energy density (intensity x exposure time), even with different types of light sources, results in similar properties of the composites [34-36]. Another factor that can influence the polymerization efficiency is the emission wavelength of the light curing units [37]. Unlike quartz-tungsten halogen lights, the light emitting diodes (LEDs) produce light in a narrower spectral range, but both are within the absorption wavelength range to activate the camphorquinone (450-500 nm) [37]. This is one of the factors that could have contributed for similar results of sorption and solubility considering both light curing units, since the composites used in the present study have camphorquinone as the photoinitiator.

Recently, the light polymerization with the so-called new generation LEDs has been proven to be as effective as the conventional polymerization with QTH light curing units [38,39], once the composition of the composite resin is considered. [39].

The null hypothesis proposed was confirmed, since water sorption and solubility of the composites were not affected by the polymerization with QTH and LED light

curing units. Therefore, the differences found in the present study were not due to the type of polymerization, but probably to some of the inherent characteristics of the composites.

7. Conclusions

- Water sorption and solubility of the evaluated composites were not affected by the polymerization using different light sources;
- The water sorption of the composites increased with prolonged storage time;
- Herculite XRV exhibited the lowest water sorption among all the tested composites.
- Different storage times in water did not affect solubility of composites, with the exception of Filtek Z250.

8. References

1. Oysaed H and Ruyter IE. Composites for use in posterior teeth: Mechanical properties tested under dry and wet conditions. *J Biomed Mater Res* 1986; 20 (2): 261-271.
2. Calais JG and Söderholm K-JM. Influence of filler type and water exposure on flexural strength of experimental composite resins. *J Dent Res* 1988; 67(5): 836-40.
3. Söderholm K-JM and Roberts MJ. Influence of water exposure on the tensile strength of composites. *J Dent Res* 1990; 69(12): 1812-1816.
4. Sarrett DC, Söderholm K-JM and Batich CD. Water and abrasive effects on three-body wear of composites. *J Dent Res* 1991; 70(7):1074-1081.
5. Pearson GJ and Longman CM. Water sorption and solubility of resin-based materials following inadequate polymerization by a visible-light curing system. *J Oral Rehabil* 1989; 16: 57-61.
6. Yap AUJ and Wee KEC. Effects of cyclic temperature changes on water sorption and solubility of composite restoratives. *Oper Dent* 2002; 27: 147-153.
7. Braden M, Causton EE and Clarke RL. Diffusion of water in composite filling materials. *J Dent Res* 1976; 55: 730-732.
8. Fan PL, Edahl A, Leung RL and Standford JW. Alternative interpretations of water sorption values of composite resins. *J Dent Res* 1985; 64(1):78-80.
9. Kalachandra S and Wilson TW. Water sorption and mechanical properties of light-cured proprietary composite tooth restorative materials. *Biomaterials* 1992; 13 (2): 105-109.

10. Söderholm KJ, Zigan M, Ragan M, Fischlschweiger W and Bergman M. Hydrolytic degradation of dental composites. *J Dent Res* 1984; 63 (10): 1248-1254.
11. Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater* 2005; Aug 5; [Epub ahead of print].
12. Bowen RL, Rapson JE and Dickson G. Hardening shrinkage and hygroscopic expansion of composite resins. *J Dent Res* 1982; 61(5): 654-658.
13. Torstenson B and Brännström M. Contraction gap under composite resin restorations: effect of hygroscopic expansion and thermal stress. *Oper Dent* 1988; 13:24-31.
14. Momoi Y and McCabe JF. Hygroscopic expansion of resin based composites during 6 months of water storage. *Br Dent J* 1994; 176:91-6.
15. Feilzer AJ, De Gee AJ and Davidson CL. Relaxation of polymerization contraction shear stress by hygroscopic expansion. *J Dent Res* 1990; 69(1):36-39.
16. Martin N, Jedyakiewicz NM and Fisher AC. Hygroscopic expansion and solubility of composite restoratives. *Dental Materials* 2003; 19: 77-86.
17. Yap AUJ, Wang HB, Siow KS and Gan LM. Polymerization shrinkage of visible-light-cured composites *Oper Dent* 2000; 25(1): 98-103.
18. Ferracane JL. Elution of leachable components from composites. *J Oral Rehabil* 1994; 21: 441-452.
19. Örtengren U, Wellendorf H, Karlsson S and Ruyter IE. Water sorption and solubility of dental composites and identification of monomers released in an aqueous environment. *J Oral Rehabil* 2001; 28:1106-1115.

20. Söderholm K-JM. Leaking of fillers in dental composites. *J Dent Res* 1983; 62 (2): 126-130.
21. Lygre H, Hol PJ, Solheim E and Moe G. Organic leachables from polymer-based dental filling materials. *Eur J Oral Sci* 1999; 107: 378-383.
22. von Fraunhofer JA and Curtis Jr P. Physical and mechanical properties of anterior and posterior composite restorative materials. *Dent Mater* 1989; 5: 365-368.
23. International Organization for Standardization. ISO 4049: Dentistry polymer – based filling, restorative and luting materials. Switzerland, 2000.
24. Martin N and Jedyakiewicz N. Measurement of water sorption in dental composites. *Biomaterials* 1998; 19: 77-83.
25. Sakagushi RL. Review of the current status and challenges for dental posterior restorative composites: clinical, chemistry, and physical behavior considerations. Summary of discussion from the Portland Composites Symposium (POCOS) June 17-19, 2004, Oregon Health and Science University, Portland, Oregon. *Dent Mater* 2005; 21: 3-6.
26. Sideridou I, Terski V and Papanastasiou G Study of water sorption, solubility and modulus of elasticity of light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials* 2003; 24: 655-665.
27. Mohsen NM and Craig RG. Hydrolytic stability of silanated zirconia-silica-urethane dimethacrylate composites. *J Oral Rehabil* 1995; 22:213-220.
28. Toledano M, Osorio R, Osorio E, Fuentes V, Prati C and Garcia-Godoy F. Sorption and solubility of resin-based restorative dental materials 2003; 31: 43-50.

29. Sideridou I, Tserki V and Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials* 2002; 23: 1819-1829.
30. Söderholm K-JM, Mukherjee R and Longmate J. Filler leachability of composites stored in distilled water or artificial saliva. *J Dent Res* 1996; 75(9): 1692-1699.
31. Mortier E, Gerdolle DA, Dahoun A and Panighi MM. Influence of initial water content on the subsequent water sorption and solubility behavior in restorative polymers. *Am J Dent* 2005; 18(3): 177-81.
32. Palin WM, Fleming GJP, Burke FJT, Marquis PM and Randall RC. The influence of short and medium-term water immersion on the hydrolytic stability of novel low-shrink dental composites. *Dent Mater* 2005; 21: 852-863.
33. Emami N and Söderholm K-JM. How light irradiance and curing time affect monomer conversion in light-cured resin composites. *Eur J Oral Sci* 2003; 111: 536-542.
34. Mills RW, Uhl A, Blackwell GB and Jandt KD. High power light emitting diode (LED) arrays versus halogen light polymerization of oral biomaterials: Barcol hardness, compressive strength and radiometric properties. *Biomaterials* 2002; 23: 2955-2963.
35. Moon HJ, Lee YK, Lim BS and Kim CW. Effects of various light curing methods on the leachability of uncured substances and hardness of a composite resin. *J Oral Rehabil* 2004; 31: 258-264.
36. Vandewalle KS, Roberts HW, Tiba A and Charlton DG. Thermal emission and curing efficiency of LED and halogen curing lights. *Oper Dent* 2005; 30(2): 257-264.

37. Leonard DL, Charlton DG, Roberts HW and Cohen ME. Polymerization efficiency of LED curing lights. *J Esthet Restor Dent* 2002; 14:286-295.
38. Bala O, Üçtasli MB and Tüz MA. Barcoll hardness of different resin-based composites cured by halogen or light emitting diode (LED). *Oper Dent* 2005; 30 (1): 69-74.
39. Uhl A, Sigush BW and Jandt KD. Second generation LEDs for the polymerization of oral biomaterials. *Dent Mater* 2004; 20: 80-87.

9. Tables

Table 1: Technical profiles of the composites evaluated.

Composite	Manufacturer	Batch number	Polymer	Filler particle	Filler size	Filler content/ vol	Filler content/ wt
Herculite XRV	Kerr Manufacturing, Orange, CA, USA	14546	Bis-GMA, TEGDMA	Al-B silicate glass, silica	0.6 μm	59%	79%
Tetric Ceram	Ivoclar AG, Schaan, Liechtenstein	G18572	Bis-GMA, TEGDMA, UDMA	Ba glass, ytterbium trifluoride, Ba-Al-fluorosilicate glass	0.7 μm	62%	81%
Filtek Z250	3M Dental Products, St. Paul, MN, USA	4LU	Bis-GMA, TEGDMA, UDMA, Bis-EMA	Zirconia/silica	0.6 μm	60%	80%

Bis-GMA: bisphenol A glycol dimethacrylate
 UDMA: urethane dimethacrylate
 TEGDMA: triethyleneglycol dimethacrylate
 Bis-EMA: bisphenol A polyethyleneglycol diether dimethacrylate

Table 2: Mean values of sorption and solubility of composites according to light curing units:

LCU	n	Sorption	Solubility
QTH	90	15.92 (6.48) ^a	0.33 (0.36) ^a
LED	89	16.06 (6.45) ^a	0.26 (0.41) ^a

* groups with the same letter do not indicate statistically significant differences ($p>0.01$).

Table 3: Mean values for sorption and solubility of composites after different storage times:

Composite	Storage time	n	Sorption	Solubility
Herculite XRV	24 hours	20	7.64 (0,40) ^a	0.20 (0.20) ^{a,b,c}
	7 days	20	15.08 (0.33) ^d	0.10 (0.28) ^{a,b}
	28 days	20	16.44 (0.34) ^e	0.19 (0.27) ^{a,b,c}
Tetric Ceram	24 hours	20	8.45 (0.43) ^b	0.45 (0.22) ^{b,c,d}
	7 days	19	17.60 (0.53) ^f	0.40 (0.40) ^{b,c,d}
	28 days	20	18.86 (0.68) ^g	0.36 (0.51) ^{b,c,d}
Filtek Z250	24 hours	20	9.35 (0.47) ^c	0.72 (0.29) ^d
	7 days	20	22.61 (0.47) ^h	0.32 (0.40) ^{b,c}
	28 days	20	27.95 (0.29) ⁱ	-0.07 (0.21) ^a

* Groups with different letters indicate statistically significant differences ($p < 0.01$).